

微細塑性加工による金属結晶構造制御技術の開発

東京工業大学 機械制御システム専攻
教授 吉野 雅彦
(平成 19 年度一般研究開発助成 AF-2007002)

キーワード: 組織制御加工、微細塑性加工、結晶塑性、再結晶

1. 研究目的と背景

近年の社会的課題であるエネルギー、環境、資源などの問題に対応するためには、素材の高強度化、軽量化、高機能化、高効率化が重要な技術的課題となっている。このためには鋼、アルミニウム、銅などの構造材料の特性(機械的特性、化学的特性、電気的特性)を飛躍的に向上させる必要がある。しかし従来主流であった合金化による材料開発は、レアメタルなど元素の不足、リサイクル性の低下という課題を抱えている。そこで合金化に依らない材料開発法として結晶組織制御加工が注目されている。

合金化に依らない金属材料の改質方法として結晶組織制御が知られている。その一例として超微細粒鋼や方向性電磁鋼板などが挙げられるが、図1に示すように、もともとランダムな結晶構造を有する素材をマクロ的的加工により結晶構造を制御しようとするものであり、本質的に個々の結晶方位や形状を制御することは出来ない。このため統計平均的な特性の向上は可能であっても、その結晶特性が元来有するはずの材料特性を十分に引き出しているとは言えない。それに対して図2に示すように、個々の結晶粒について制御された変形および熱履歴を与えれば、再結晶粒の方位や形状を厳密に制御出来ると考えられる。これにより最適な結晶構造を創出できれば、これまでに無い優れた素材を開発出来ると期待できる。

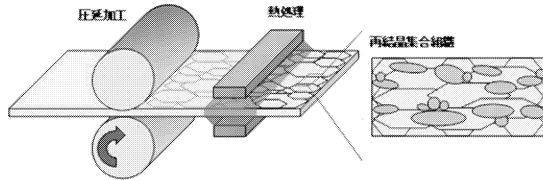


図1 従来の結晶組織制御加工

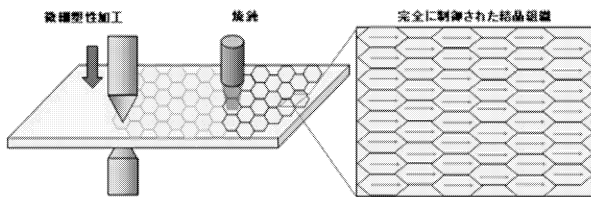


図2 新しい結晶組織制御加工の概念

結晶材料の微細変形特性を解明しようとする試みは以前より行われており、微細押込み実験や有限要素法シミュレーションによる研究などが報告されている[1-3]。近年 EBSP (Electron Back Scattering Dispersion Pattern)、FIB (Focused Ion Beam) など優れた分析装置が開発され、塑性変形に伴う結晶構造の変化をこれらの装置で測定し、その変形特性を検討した研究もなされている[4-6]。しかしながら、個々の結晶に着目し、その変形特性およびそれに引き続く再結晶過程を定量的・理論的に解明した研究は見当たらない。

そこで本研究では微細塑性加工により個々の結晶を直接変形させ、熱処理により再結晶させることにより制御された結晶構造を作成する方法を開発することを目指す。多結晶材料

における結晶構造の不確定性を徹底的に排除し金属結晶の塑性変形特性を正確に把握するため、図3に示すように単結晶金属を試験片として用い、超微細押込み加工における変形特性および転位構造の発達を実験的に検討する。さらにその試験片を熱処理することにより生じる再結晶挙動を定量的に検討し、加工条件、熱処理条件が再結晶粒方位、再結晶粒径などに及ぼす影響を定量的に明らかにし、再結晶粒の構造を自在に制御するための技術的基礎を確立する。

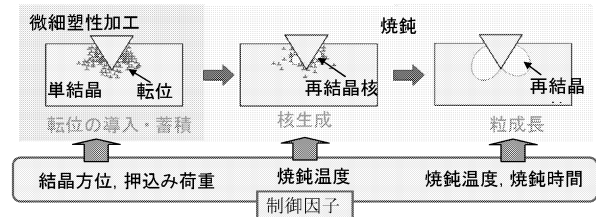


図3 本研究における実験の概念

2. 実験方法

2-1 微細塑性加工実験

図4に微細塑性加工装置を示す[7, 8]。本装置は位置決め分解能が 10nm の XY ステージ(試料ステージ)と Z ステージ(工具ステージ)、分解能が 0.5mN のロードセル、さらにこれらの動作を制御するコンピュータシステムにより構成されている。ロードセルには図5に示すような単結晶ダイヤモンド製ナイフエッジ工具が取り付けられている。この工具の先端角は 60° のものおよび 90° のものの 2 種類用意した。工具幅はどちらも 0.6mm である。本装置で試験片にダイヤモンド工具を所定の荷重で押し付けることにより、任意の位置に任意の深さの微細 V 溝を正確に作成することが出来る。本実験で用いるナイフエッジ工具の先端角は一般の押込み試験圧子(ビッカース圧子、ベルコピッチ圧子、球頭圧子など)に比べて非常に鋭く、押込み痕近傍に局所的な大きな剪断ひずみを与えることが出来る、という特徴がある。またナイフエッジ工具の長手方向に沿って理論的には均一な 2 次元的塑性変形が生じると考えられる。そのためその押込み痕の任意の断面を観察することにより変形状態を詳細に分析できるという利点がある。それに対してビッカース圧子など一般の硬さ試験に用いられる圧子を用いた実験では、3 次元的な塑性変形が生じるため観察する断面によって変形状態が異なる。そのため本質的に断面作成の精度によってデータが異なり、信頼性のある結果が得られないという問題が生じるので、本研究ではこのような圧子を用いない。

試験片には単結晶純銅試験片を用いた。単結晶インゴットよりワイヤーカット加工機を用い 10mm×7mm×2mm の寸法に切り出し、その後上面を化学研磨により仕上げた。このとき、図6に示すように、上面を {100} 面、それぞれの辺を <100> 方位に一致させた。この試験片にナイフエッジ工具を押し込み、微細塑性加工実験を行った。このときの工具のエッジを単結晶純銅試験片の <100> 方位に一致させた。なお押込み荷重は 1N、3N、5N、7N、10N である。

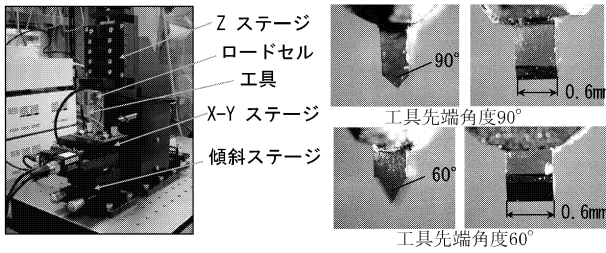


図4 微細塑性加工実験装置 図5 ナイフエッジ工具

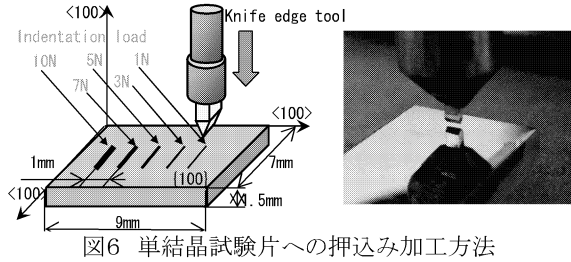


図6 単結晶試験片への押込み加工方法

2・2 焼鈍実験

微細塑性加工した単結晶純銅試験片をアルゴンガス雰囲気中で焼鈍し、再結晶させた。図7に実験に用いた焼鈍炉を示す。円筒形の電気炉に差し込まれた石英管内に試験片を挿入し、内部を真空ポンプで排気した後、Ar ガスを充填する。短時間での昇温、冷却を行うため、炉を予め所定の温度に加熱し十分に均熱した後、試験片挿入棒で試験片を炉心に押込む。所定の時間昇温した後、試験片を炉から引き出し、アルゴンを吹き付け急速に冷却する。本実験では炉温を 700℃ とし、炉中保持時間は 44 秒、78 秒、298 秒、600 秒(10分)、3600 秒(1時間)、7200 秒(2時間)とした。図8にこのときの試験片の温度変化を示す。

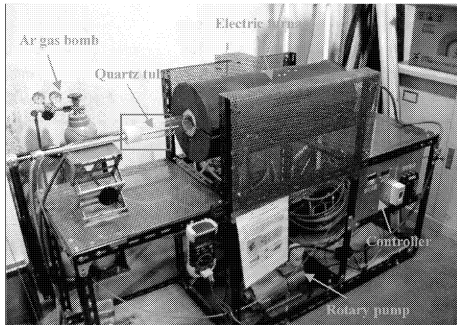


図7 雰囲気熱処理炉

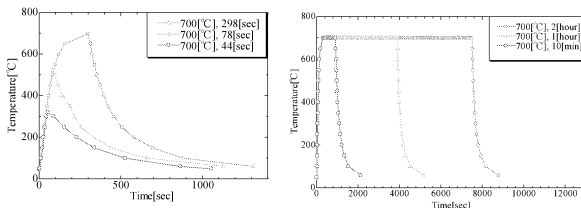
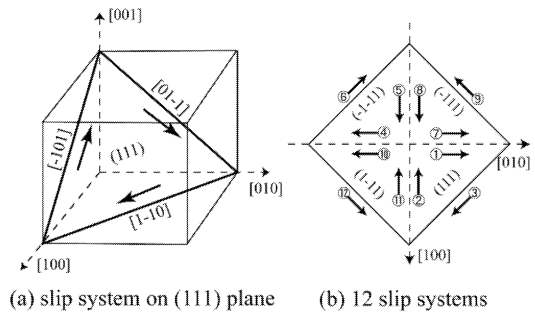


図8 試験片の温度変化

2・3 EBSD による分析

金属の単結晶には結晶構造により定まる滑り面があり、そのすべり面上でのすべり変形により結晶全体が変形することが知られている。純銅は fcc 構造を有するため、図9に示すように(111)面がすべり面となり、その面上の<110>方向がすべり方向となる。fcc 結晶では等価なすべり面が4つあり、また各すべり面に等価なすべり方向が3つずつあるので、全部で12個のすべり系がある。



(a) slip system on (111) plane (b) 12 slip systems

図9 fcc 結晶におけるすべり系

これらのすべり系でのすべり変形が組み合わせりマクロなひずみが生じると考えられている。Asaro, Needleman らにより提案された結晶塑性理論によると、すべり変形は基本的には剪断変形なので、図10に示すように微視的な結晶の剪断変形と結晶の剛体回転の組み合わせにより、結晶の塑性変形が定まる。転位論によると、すべり面での滑り変形は転位の移動によるものと説明されている。すなわち結晶のすべり変形により転位構造が発達し、剛体回転により結晶方位が変化する。そこで微細塑性加工した単結晶純銅試験片の結晶方位と転位構造を分析することにより、結晶の変形機構および変形特性が解明できると考えられる。

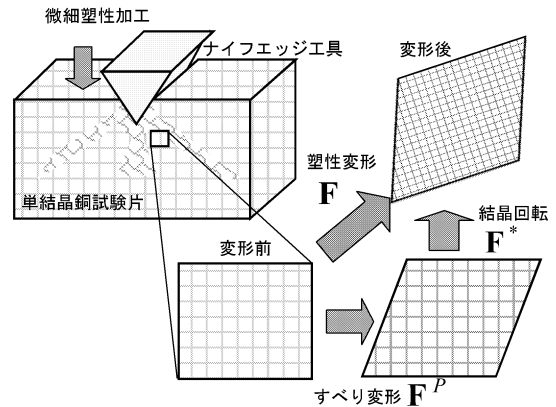
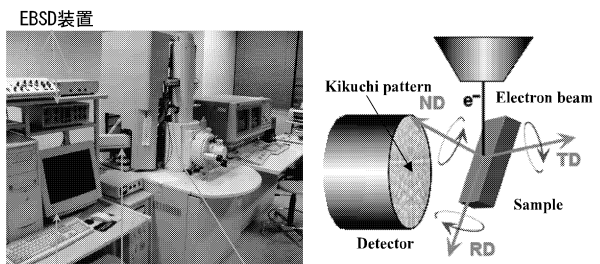


図10 結晶のすべり変形と結晶回転



(a) 装置全景 (b) 検出カメラとEBSD試料の位置関係
図11 EBSD 装置および分析方法

本研究では微細塑性加工による結晶回転を調べるため EBSD 装置を用いて2・1節の押込み実験後の試験片の断面の結晶方位分布を分析した。試験片を樹脂に埋め込み、押込み痕断面まで研削した後、コロイダルシリカで研磨し、さらに電解研磨で仕上げた。図11に示すように FE-SEM に搭載された EBSD により断面の結晶方位分析を行った。図12に分析面から見た座標系 (ND, TD, RD 方向) を示す。

また EBSD 分析は再結晶粒の発達状況を調べるのにも有効である。そこで 2・2 節の焼鈍実験後の試験片についても同様に断面の結晶方位を EBSD で分析した。

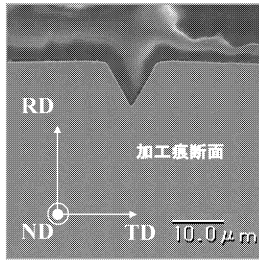


図12 試料の分析面から見た座標系

2.4 超高压透過電子顕微鏡 (TEM) による分析

結晶のすべり変形を分析するために、超高压透過電子顕微鏡(加速電圧 100KV)を用いて転位の観察を行った。図13に実験に用いた超高压透過電子顕微鏡を示す。図14に示すように、FIB(Focused Ion Beam)装置を用いて、押し込み痕に垂直に $20 \times 15 \times 0.4 \text{ mm}$ の TEM 観察用試料を切り出した。

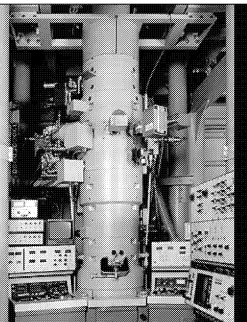


図13 実験に用いた超高压透過電子顕微鏡

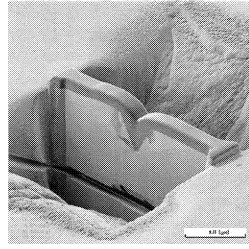
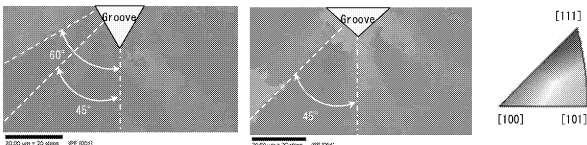


図14 FIB装置によるTEM透過電子顕微鏡試料の切り出し方法

3. 実験結果と考察

3.1 微細塑性加工による結晶方位変化

図15に押し込み痕断面においてND方向を向いている結晶面の分布をカラーマップで示す。(a)が 60° 工具の場合、(b)が 90° 工具の場合である。色は(c)の逆極点図の結晶面を示している。これより(a)では押し込み痕より下方 45° 方向と 60° 方向に結晶面の異なる領域が広がっていることが判る。これに対して(b)では押し込み痕下方 45° 方向のみに広がっている。この変形をさらに明瞭に示すため図16に結晶回転角分布を示す。これより(a)では 45° 方向と 60° 方向に結晶回転の大きい領域が広がっているのが見られる。また(b)では 60° 方向および真下(0° 方向)に大きな結晶回転が見られる。



(a) 60° 工具 (b) 90° 工具 (c) 逆極点図
図15 押し込み痕断面の結晶方位分布

図17にEBSD分析より得られたIQ (Image Quality)マップを示す。IQマップは電子線が照射された結晶格子において後方散乱によって生じる菊地パターンの画質を明暗で示したものであり、暗い領域においては大きな塑性変形が生じていることを示している。これより結晶回転の大きかった 45° および 60° 方向に塑性変形領域が形成されていることが分かる。

図18に FCC 金属のすべり系を示す。図中の番号はすべり系の番号である。これより 45° の塑性変形領域は、主に押し込み方向に対して 45° のすべり系④ $(-1-11)[0-1-1]$ 、⑩

$(1-11)[0-1-1]$ 方向に生じており、また、 60° の塑性変形領域は、工具先端角度 60° に起因すると考えられる。

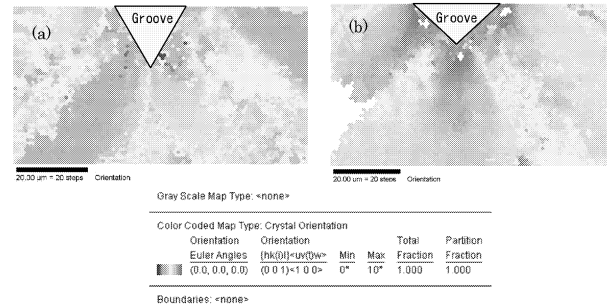
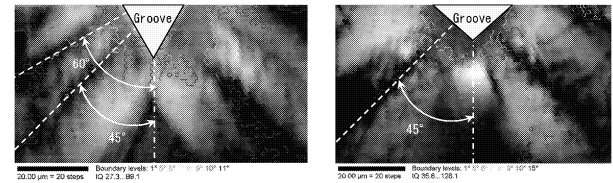


図16 押し込み痕断面の結晶回転角分布



(a) 60° 工具 (b) 90° 工具

図17 押し込み痕断面のIQマップ

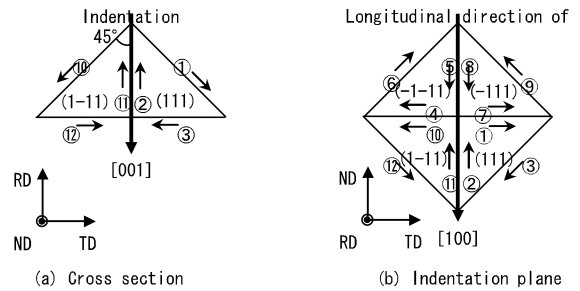
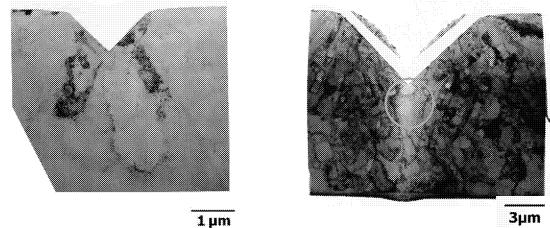


図18 FCC 金属のすべり系

3.2 微細塑性加工による転位構造の発達

図19に透過電子顕微鏡で観察した押し込み痕周辺の転位構造を示す。工具先端角は 90° である。(a)は押し込み荷重 0.5 N で加工したものであり、押し込み痕深さは約 $1 \mu\text{m}$ 、(b)は押し込み荷重 5 N であり、押し込み痕深さは約 $6 \mu\text{m}$ となっている。写真中に黒く見える細い筋が転位を表しており、転位が絡まり合い、転位網を構成していることが判る。(a)では全体的に転位の密度は低く、ほぼ対象に転位網が発達していることがわかる。おおよそ 45° の方向に転位密度の高い帯状の領域が見られ図16の結晶回転領域および図17のIQマップで見られた塑性変形領域に対応しているように見える。(b)では視野全体に転位網が発達しており、細かいセル組織が成形されていることが判る。ところが写真中の○で囲った領域では、工具直下であるが、セル組織が見られない。これは転位が完全に通抜けなかったため転位網が構成されなかったものと考えられる。今後、これらのセル組織の構造および結晶方位等を詳細に調べ、単結晶金属の変形特性を解明する必要がある。

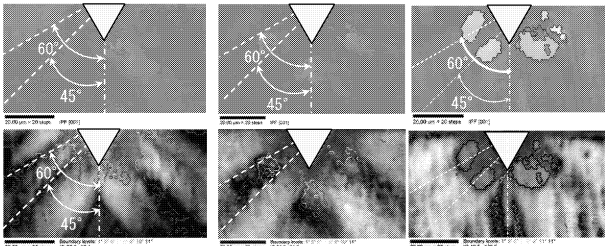


(a) 押し込み荷重 0.5 N (b) 押し込み荷重 5.0 N

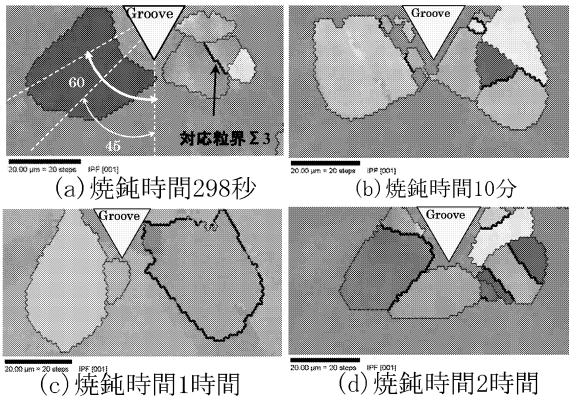
図19 透過電子顕微鏡で観察した押し込み痕周辺の転位構造

3-3 静的再結晶に及ぼす塑性変形組織の影響

微細加工後焼鈍した試験片の押込み痕近傍の再結晶粒の結晶方位分布を EBSD により観察した。図20に焼鈍時間による再結晶粒の変化を示す。上段が面方位を示すカラーマップで、下段が IQ マップである。IQ マップ中の青い線は結晶方位差 1° の境界、緑の線は結晶方位差 5° の境界を示している。(a)は焼鈍時間0秒、すなわち変形組織である。(b)は焼鈍時間44秒のものであり、まだ再結晶粒(核)は発生していないが、結晶回転領域が集合し一部に固まっている。これは転位の再配列に伴いセル組織がサブグレイン構成しているものと考えられる。一般にこのような状態は回復過程と考えられている。(c)は焼鈍時間78秒のものであるが、再結晶粒が発生している。IQ マップ中の黒い太線は対応粒界 $\Sigma 3$ を示している。すなわち、焼鈍により発生した結晶方位の異なる再結晶粒間で対応粒界が形成されている。



(a) 焼鈍時間0秒 (b) 焼鈍時間44秒 (c) 焼鈍時間78秒
図20 焼鈍時間による再結晶粒の生成過程



(a) 焼鈍時間298秒 (b) 焼鈍時間10分
(c) 焼鈍時間1時間 (d) 焼鈍時間2時間
図21 長時間焼鈍したときの再結晶粒の発生状況

図21に10分間、1時間、2時間焼鈍した再結晶粒の結晶方位分布を示す。焼鈍時間の増加に伴い、再結晶粒の粒径が僅かに増加しているが、1時間以降はほとんど変化が見られない。また再結晶粒間に対応粒界が形成されるとともに、母相との間にも対応粒界が形成されていることから、易動度が大きい粒界の移動により再結晶粒が形成されることが考えられる。今回の実験では、工具押し込み方向に対し、ほぼ左右対称に塑性変形が生じているにもかかわらず、様々な結晶方位を再結晶粒が形成された。また加工条件、熱処理条件が全く同じにも拘らず異なる試験片で異なる結晶粒が形成された。これは、ナイフエッジ工具の押し込みによる結晶のすべり変形において、多数のすべり系が同時に活動したため特定の優先方位が生じなかったことが原因と考えられる。結晶の塑性変形におけるすべり系の活動状況を正確に評価し、変形組織と再結晶粒の関係を定量的に明確にする必要がある。

4. 結晶塑性有限要素法解析による検討

4-1 結晶塑性理論

再結晶挙動を明らかにするためには、超微細押し込み加工による結晶内部の力学状態を知ることが不可欠であるが、実験的手法のみでそれを理解することは容易ではない。結晶内部の力学状態を解明するためには有限要素法による数値シミュレーションが有効な手段と言える。そこで本研究では、Asaro や Needleman らにより提案された結晶塑性理論に基づき作成した結晶塑性構成式を用いた[9,10]、超微細押し込み加工の結晶塑性有限要素解析を行った。

結晶の全変形を表す全変形勾配 \mathbf{F} は、弾性(剛体回転)成分 \mathbf{F}^* と塑性部分 \mathbf{F}^P の和として次式で表される。

$$\mathbf{F} = \mathbf{F}^* \cdot \mathbf{F}^P \quad (1)$$

式(1)を時間微分すると、次式が得られる。

$$\dot{\mathbf{F}} \cdot \mathbf{F}^{-1} = (\mathbf{d}^* + \boldsymbol{\omega}^*) + (\mathbf{d}^P + \boldsymbol{\omega}^P) \quad (2)$$

ここで、 \mathbf{d}^* と $\boldsymbol{\omega}^*$ はそれぞれ弾性ストレッチングテンソルと弾性スピンテンソルである。一方、塑性ひずみテンソル \mathbf{d}^P と塑性スピンテンソル $\boldsymbol{\omega}^P$ 次式によりせん断ひずみ速度と次式のように関係づけられる。

$$\mathbf{d}^P = \sum_{\alpha=1}^{12} \mathbf{P}^{(\alpha)} \dot{\gamma}^{(\alpha)} \quad (3)$$

$$\boldsymbol{\omega}^P = \sum_{\alpha=1}^{12} \mathbf{W}^{(\alpha)} \dot{\gamma}^{(\alpha)} \quad (4)$$

ここで、 α はすべり系の番号を示しており、本研究では FCC 結晶である銅を解析対象としているため、12個の $\{111\}\langle 110 \rangle$ すべり系を考慮し、 α は1から12までの値を取りうる。また、式(3)および式(4)の $\mathbf{P}^{(\alpha)}$ 、 $\mathbf{W}^{(\alpha)}$ のテンソルは次式で与えられる。

$$\mathbf{P}^{(\alpha)} = \frac{1}{2} (\mathbf{s}^{(\alpha)*} \mathbf{m}^{(\alpha)*} + \mathbf{m}^{(\alpha)*} \mathbf{s}^{(\alpha)*}) \quad (5)$$

$$\mathbf{W}^{(\alpha)} = \frac{1}{2} (\mathbf{s}^{(\alpha)*} \mathbf{m}^{(\alpha)*} - \mathbf{m}^{(\alpha)*} \mathbf{s}^{(\alpha)*}) \quad (6)$$

ここで、 $\mathbf{m}^{(\alpha)*}$ および $\mathbf{s}^{(\alpha)*}$ はすべり系 α におけるすべり面法線方向の単位ベクトルとすべり方向の単位ベクトルである。これらのベクトルの変化は塑性変形による結晶方位変化を表現し、式(1)の \mathbf{F}^* を用いて次式で表される。

$$\mathbf{s}^{(\alpha)*} = \mathbf{F}^* \cdot \mathbf{s}^{(\alpha)} \quad (7)$$

$$\mathbf{m}^{(\alpha)*} = \mathbf{m}^{(\alpha)} \cdot \mathbf{F}^{*-1} \quad (8)$$

結晶の塑性変形は、結晶の回転とすべり変形から構成されている。したがって塑性変形によって結晶に回転が生じても応力の変化に影響しない客観性を持つ応力速度形を用いる必要がある。そこで、Kirchhoff 応力の Jaumann 速度を次式により定義する。

$$\overset{\nabla}{\mathbf{S}} = \dot{\boldsymbol{\sigma}} + \boldsymbol{\sigma} \cdot \boldsymbol{\omega} - \boldsymbol{\omega} \cdot \boldsymbol{\sigma} \quad (9)$$

$$\overset{\nabla}{\mathbf{S}}^* = \dot{\boldsymbol{\sigma}} + \boldsymbol{\sigma} \cdot \boldsymbol{\omega}^* - \boldsymbol{\omega}^* \cdot \boldsymbol{\sigma} \quad (10)$$

ここで、 $\boldsymbol{\sigma}$ は Cauchy 応力を表している。式(9)と式(10)の差を取り、 $\boldsymbol{\omega}^P = \boldsymbol{\omega} - \boldsymbol{\omega}^*$ の関係と式(4)を考慮すると、次式を得る。

$$\overset{\nabla}{S}^* = \overset{\nabla}{S} + \sum_{\alpha=1}^{12} \left(W^{(\alpha)} \cdot \sigma - \sigma \cdot W^{(\alpha)} \right) \dot{\gamma}^{(\alpha)} \quad (11)$$

さらに、式(10)は弾性変形を表すので、次式のようにも表すことができる。

$$\overset{\nabla}{S}^* = D^e : d^* = D^e : (d - d^p) \quad (12)$$

式(12)を式(11)の左辺に代入し、整理すると結晶塑性有限要素解析で用いる構成式は次式ようになる。

$$\overset{\nabla}{S} = D^e : d - \sum_{\alpha=1}^{12} R^{(\alpha)} \dot{\gamma}^{(\alpha)} \quad (13)$$

$$R^{(\alpha)} = D^e : P^{(\alpha)} + W^{(\alpha)} \cdot \sigma - \sigma \cdot W^{(\alpha)} \quad (14)$$

なお、式(3)および式(4)で用いるせん断ひずみ速度は、次式のひずみ速度依存型の指数則を用いることとする。

$$\dot{\gamma}^{(\alpha)} = a^{(\alpha)} \frac{\tau^{(\alpha)}}{g^{(\alpha)}} \left| \frac{\tau^{(\alpha)}}{g^{(\alpha)}} \right|^{m-1} \quad (15)$$

ここで、 $\tau^{(\alpha)}$ はすべり系 α のすべり面上での分解せん断応力であり、Cauchy 応力と次式のように関係づけられる。

$$\tau^{(\alpha)} = P^{(\alpha)} \sigma \quad (16)$$

また、 $g^{(\alpha)}$ は臨界分解せん断応力であり、本研究では次式によりその発展、すなわち加工硬化を記述する。

$$\dot{g}^{(\alpha)} = \sum_{\beta=1}^{12} h_{\alpha\beta} \left| \dot{\gamma}^{(\beta)} \right| \quad (17)$$

ここで、 $h_{\alpha\beta}$ は加工硬化係数であり、次式で表す。

$$h_{\alpha\beta} = \kappa \delta_{\alpha\beta} + \beta H_{\alpha\beta} \quad (18)$$

4.2 シミュレーションモデル

本研究では、独自に開発したユーザーサブルーチンプログラムを用いて、汎用有限要素ソフトウェアであるABAQUS-Explicit に上記の結晶塑性構成式を導入し、数値シミュレーションを行った。一般に結晶塑性有限要素解析は計算コストが大きいため、数値計算には東京工業大学のスーパーコンピュータ TSUBAME を用いた。

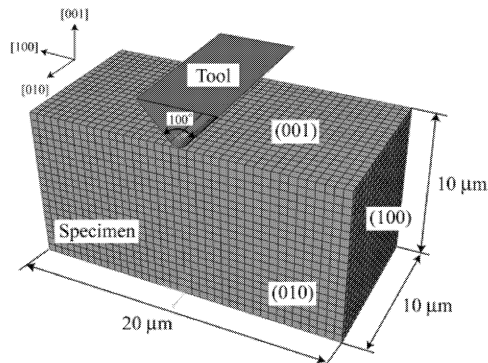


図22 超微細押込み加工の有限要素シミュレーションモデル

図22は、単結晶純銅試験片への超微細押込み加工の3次元シミュレーションモデルである。実験の条件に合わせて、シミュレーションモデルの試験片寸法および結晶方位を設定し

た。ナイフエッジ工具は剛表面を用いてモデル化し、その先端角度を100度、先端半径を $r = 0.6 \mu\text{m}$ とした。工具と試験片表面との摩擦は無視し、[00-1]方向に $1.5 \mu\text{m}$ の押込み加工シミュレーションを行う。境界条件は、試験片の底面のみを全方向変位拘束した。試験片モデルは、一辺 $0.5 \mu\text{m}$ の8節点低減積分要素を用い、16000個の要素分割を行った。単結晶銅の弾性係数としては、 $C_{11} = 168 \text{ GPa}$ 、 $C_{12} = 121.4 \text{ GPa}$ and $C_{44} = 75.4 \text{ GPa}$ とした。また、初期臨界分解せん断応力は 35 MPa とした。せん断ひずみ速度の評価に必要なパラメータは、次の値をもちいた。

$$a^{(\alpha)} = 0.001 \text{ s}^{-1}, \quad m = 0.1, \quad \kappa = 1.2, \quad \beta = 90 \text{ MPa}.$$

4.3 シミュレーション結果と考察

図23は、押込み深さ $1.5 \mu\text{m}$ における試験片各断面の相当応力分布である。この結果より、圧痕近傍において、パイルアップの形成が確認できる。また、圧痕近傍で特に大きな応力集中がみられ、圧痕表面に対して垂直方向に大きな応力が分布していることがわかる。さらに、各断面における応力分布形態が同様であることから、ナイフエッジ工具を用いた超微細押込み加工においては、2次元的な変形が生じていることを示唆するものである。そこで、以下では断面Bにおける解析結果に着目する。

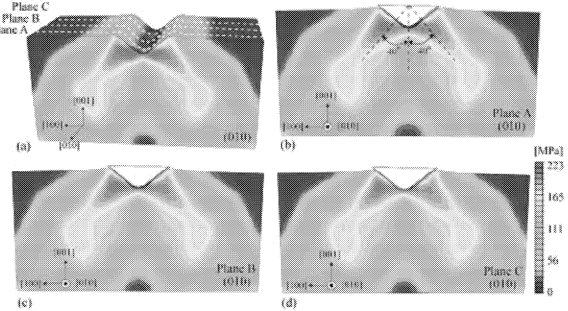


図23 押込み深さ $1.5 \mu\text{m}$ における各断面の相当応力分布

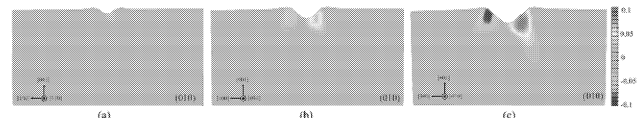


図24 押込み深さ増大に伴うすべり系1のせん断ひずみ分布

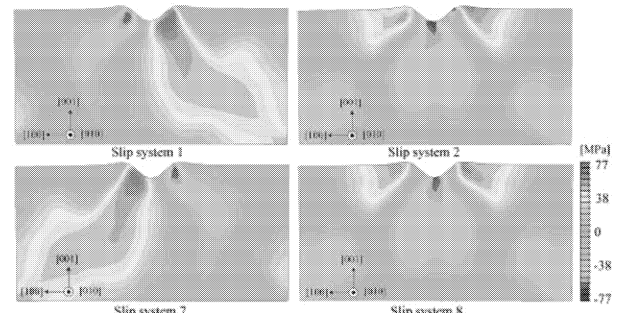


図25 各すべり系における分解せん断応力

図24は、押込み深さの増大に伴う、すべり系1の塑性せん断ひずみ分布の変化を示している。押込み深さが増加するに従い、圧痕近傍ではすべり変形が生じ、塑性ひずみが蓄積していることがわかる。さらに、図25にはすべり系1~8の分解せん断応力の分布を示している。この結果から、結晶のすべり面の対象性に起因して、すべり系2と8ではほぼ同様の応力分布を示していることがわかる。なお、ここでは示していないが、{001}面への超微細押込み加工の場合には、12個すべての

すべり系が活動し、圧痕周囲での大きな塑性ひずみを発生させている。このような超微細押込み加工による圧痕近傍での塑性変形により、試験片内部にはひずみエネルギーが蓄積しており、同試験片を焼鈍することで、これを駆動力として再結晶粒の形成が生じるものと考えられる。

組織材質制御加工は効率の点から圧延加工で行うのが実際的である。そこで本システムにて圧延における溝加工のシミュレーションを行った。図 26 に解析より求めた剪断塑性ひずみ分布を示す。このように本解析システムは三次元変形を生じる微細溝圧延にも適用でき、実際的な組織材質制御加工についてもシミュレーションが可能であることがわかる。

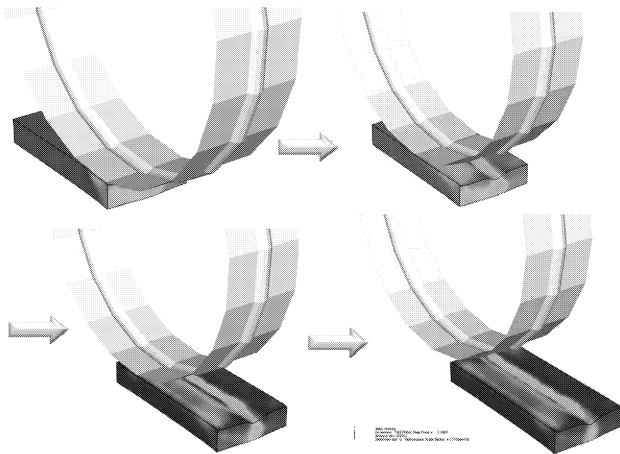


図 27 解析で求めた剪断塑性ひずみ分布

本解析では、定量的な結果を得るに至っていないが、先に示した実験結果との比較によってシミュレーションで使用するパラメータの同定等を行うことにより、実験結果との一致が可能であると思われる。また、結晶塑性構成式を転位密度の評価な形式に改良することにより、超微細押込み加工により材料内に蓄えられる蓄積エネルギーも評価可能となり、再結晶現象の解明に有益な情報をもたらすものと期待される。

5. まとめ

本研究では、超微細塑性加工を利用し単結晶純銅の変形特性および静的再結晶過程を検討した。従来の研究では多結晶材料を素材とした検討が主流であり、素材の結晶構造のランダム性を前提として統計的結晶構造変化を議論するのに留まっていた。しかし本研究ではこのような不確定性を極力排除し、確定論的組織材質予測制御を実現するために、結晶の変形機構および再結晶機構を定量的に分析することを目指した。このために予め結晶構造の確定している単結晶試験片に厳密な塑性変形および熱処理を加え、それによる結晶構造変化ならびに再結晶過程を EBSD および透過電子顕微鏡で分析する実験手法を提案した。この検討によりナイフエッジ工具の押込み加工による結晶回転および塑性変形領域の発達、結晶構造および工具形状に依存することを示した。また結晶の塑性変形の素過程である転位の挙動を透過電子顕微鏡で検討できることを示した。さらにこれらの塑性変形組織がその後の熱処理による再結晶核発生および粒成長過程と定量的に関連付けられることを示した。さらに本研究では、結晶の変形過程を解析する結晶塑性シミュレーションシステムを開発した。本シミュレーションを用いれば結晶の塑性変形に伴う応力、ひずみ分布だけでなく、結晶のすべり変形や蓄積エネルギーの定量的評価が可能であり、透過電子顕微鏡の観察と比較することにより転位挙動を解明することが出来

ると考えられる。さらに本シミュレーションシステムを用いて微細圧延をシミュレートできることを示し、将来の実用的な圧延を用いた材質組織制御加工への適用の可能性を示した。今後さらに詳細なデータを収集することにより塑性変形機構と再結晶機構を結びつける理論体系およびシミュレーションシステムの構築が可能になると期待できる。

一方、これらの実験では、素材の結晶方位、加工条件、熱処理条件が厳密に一定に制御されているにも拘わらず、再結晶粒の発生、成長過程、再結晶粒方位は試験片によるバラツキが見られ、統一された定量的な確定性は見られなかった。これは再結晶機構そのものに存在する本質的不確定性によるものか、実験の不確定性によるものかは今後のさらなる検討が必要であり、確定論的材質組織制御加工の実現のために必要な課題である。

謝 辞

本研究は天田金属加工機械技術振興財団平成19年度研究開発助成 (AF- 2007002) にて行った。ここに謝意を表す。

参考文献

- (1) Nowak R., Manninen T., Li C., Heiskanen K., Hannula S.P., Lindroos V., Soga T., Yoshida F., Anomalous surface deformation of sapphire clarified by 3D-FEM simulation of the nanoindentation, JSME International Journal, A, 46-3, (2003) pp265-271.
- (2) Wang Y., Raabe D., Kluber C., Roters F., Orientation dependence of nanoindentation pile-up patterns and of nanoindentation micro- textures in copper single crystals, Acta Materialia, 52,(2004), pp.2229-2238.
- (3) Ma A., Roters F., Raabe D., On the consideration of interactions between dislocations and grain boundaries in crystal plasticity finite element modeling – theory, experiments, and simulation, Acta Materialia, 54 (2006), pp.2181-2194.
- (4) Sakai T., Furushima T., Manabe K., Morimoto H., Nakamachi E., Crystallographic orientation observation on Mechanical properties evaluation of fine-grained pure aluminum, JSME International Journal A, 49-2, (2006), pp.216-219.
- (5) Zafarani N., Raabe D., Singh R.N., Roters F., Zaefferer S., Three-dimensional investigation of the texture and microstructure below a nanoindent in a Cu single crystal using 3D EBSD and crystal plasticity finite element simulations, Acta Materialia, 54, (2006), pp.1863-1879.
- (6) Nakamachi E. et al., SEM EBSD Experimental and Finite Element Analyses of Plastic Deformation Induced Crystal Rotation of Pure Aluminium Single Crystals, Trans. JSME A, 69-681, (2003), pp.817-822.
- (7) Yoshino M., Sivanandom A., Fujii N., Nano forming of glasses by indentation, Trans. JSEM C, 70, 696 (2004),pp.2548-2554. (in Japanese)
- (8) Yoshino M., Sivanandom A., Nano surface fabrication of hard brittle materials by structured tool imprinting, trans. ASME, Manufacturing Science and Engineering, Vol.126. Nov. (2004), pp.760-765.
- (9) Asaro R.J. and Rice J.R., Strain localization in ductile single crystals, J. Mech. Phys. Solids, 25-(1977), pp.309-338.
- (10) Peirce D., Asaro R.J., Needleman A., An analysis of nonuniform and localized deformation in ductile single crystals, Acta metall., 30, (1982), pp.1087-1119.