

# 結晶方位の制御を目的とした組織制御加工法の検討

東京工業大学 機械制御システム専攻

教授 吉野 雅彦

(平成 23 年度研究開発助成 AF-2011013)

キーワード：組織制御加工、微細塑性加工、鉄単結晶、材料特性、静的再結晶

## 1. 研究の背景と目的

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、マグネシウムなどの構造材料の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特性の改良は、レアメタルなど金属元素の安定供給およびリサイクル性に問題があるため、既存のコモンメタルをベースにした素材の特性向上が求められている。

合金化に依らない金属材料の改質方法として、加工熱処理による結晶組織制御が知られている。しかしこれまでの研究では、板圧延のようにほぼ均一な変形を与える加工に限られ、鍛造やプレス加工など自在な形状、自在な三次元ひずみを与える加工に適用することは成功していない。もし自由な製品形状において、任意の部分における結晶寸法や分布、さらに結晶方位までを自在に制御することが出来れば、全く新しい材料機能の創出が期待される。例えば図 1 に示すように金属単結晶材料の各部分に所定のひずみ加え、それを熱処理し任意の形態・方位の再結晶粒を生成することが出来れば様々な用途に最適化した結晶組織を有する材料が創出できると考えられる。

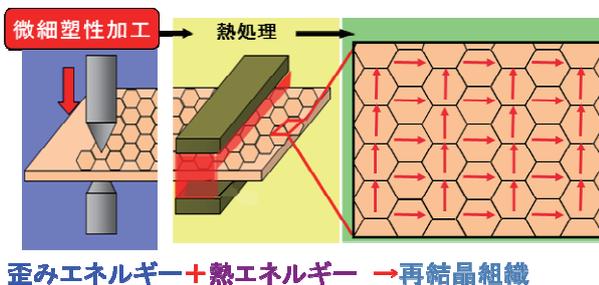


図 1 新しい結晶組織制御加工の概念

そこで本研究では、冷間加工における鉄単結晶の塑性変形特性ならびにそれから生じる静的再結晶過程を詳細

に検討し、静的再結晶粒の結晶方位を定める因子を明らかにし、結晶方位制御加工の可能性を示すことを目的とする。

## 2. 微細塑性加工を利用した単結晶の静的再結晶機構の検討

### 2.1 微細塑性加工実験方法

図 2 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鉄試験片に微細押し込み加工を行う。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 EBSD により分析する。微細加工にて実験を行うことにより、再結晶核の発生位置を狭い領域に特定できる、また塑性変形領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。本実験では深さ数  $\mu\text{m}$  の押し込み痕を作製し、その周辺約  $30\mu\text{m}$  角の領域で再結晶現象が生じるようにした。

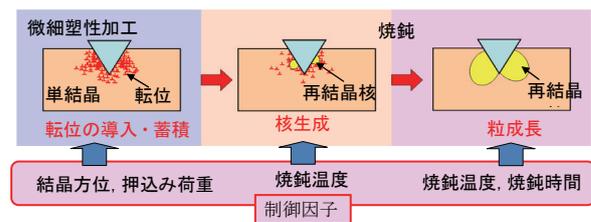


図 2 再結晶実験の流れ

図 3 に実験に用いた微細塑性加工装置を示す[1-2]。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  $10\text{nm}$  および  $1\text{nm}$  である。Z ステージにロードセルが取り付けられており、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。

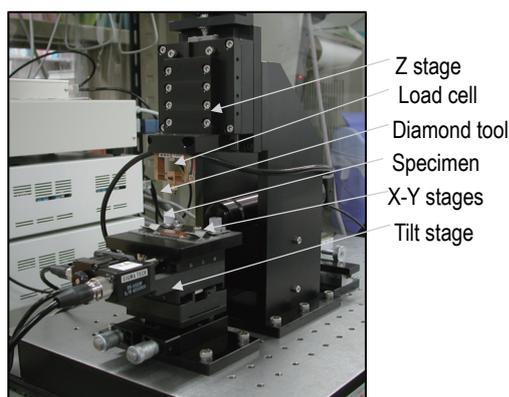


図3 微細塑性加工実験装置



図4 単結晶ダイヤモンド製ナイフエッジ工具

図4に実験に用いた単結晶ダイヤモンド製ナイフエッジ工具を示す。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。このナイフエッジ工具を鉄単結晶試験片表面に押し込む。

図5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（ $\phi 5 \times 20\text{mm}$ ）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。微細押し込み加工実験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。押し込み痕全体に亘って押し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、押し込み荷重を変化させた。

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雰囲気熱処理炉中で焼鈍した。このAr雰囲気炉はAr雰囲気中で試験片の急速加熱、急速冷却ができる。本実験では焼鈍温度を $600^\circ$ とし、焼鈍時間は5分～60分間とした。その後、試験片を樹脂に包埋し、押し込み溝の断面を研磨し、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。図6にEBSD分析における試験片の座標系を示す。

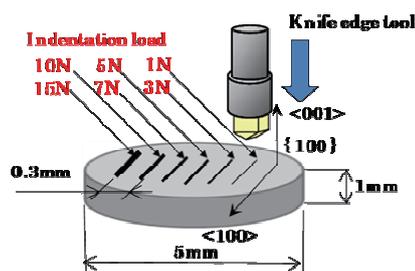
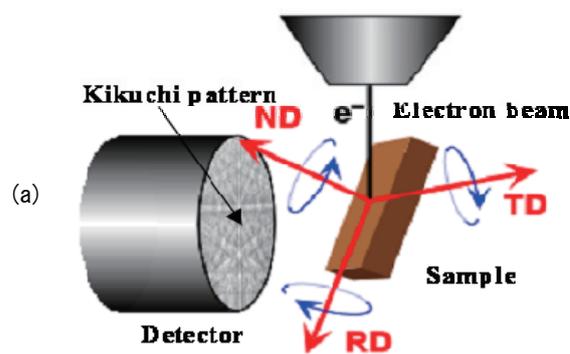
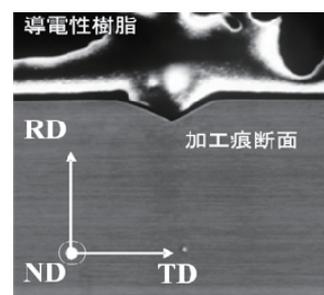


図5 単結晶鉄試験片の結晶方位と加工方向



(a)



(b)

図6 EBSDにおける座標系の定義

## 2.2 微細塑性加工実験結果

図7に押し込み加工痕断面近傍のIQマップの例を示す。押し込み荷重は15N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。これより塑性変形により転位網が発達し、セル構造を構成したことが判る。

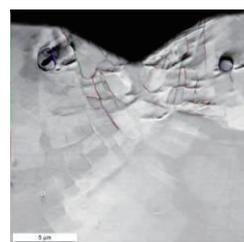


図7 押し込み加工痕断面近傍のIQマップ

図8にこの試験片のND方向およびTD方向のIPFマップ

プを示す (ND 方向もしくは TD 方向を向いている結晶面分布)。また下の標準三角形は結晶方位を示すカラーマップである。ND 方向の分布では殆ど全領域で(100)面が向いていることが判る。それに対して TD 方向の分布を見ると、押し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。すなわち ND 方向に垂直な面 (押し込み痕に垂直な断面) 内で結晶が回転したことが判る。

図 9 に結晶方位の回転角分布を示す。押し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° 程度である。すなわち、試験片の結晶格子は断面内で図中の矢印で示すように [100] 軸回りに回転したことになる。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。

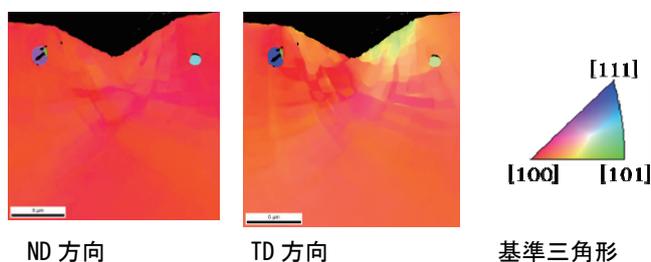


図 8 押し込み痕の IPF マップ

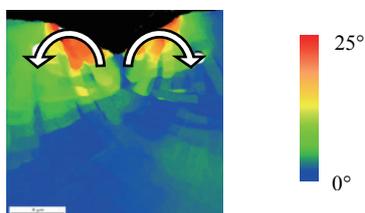


図 9 ミソオリエンテーションマップ

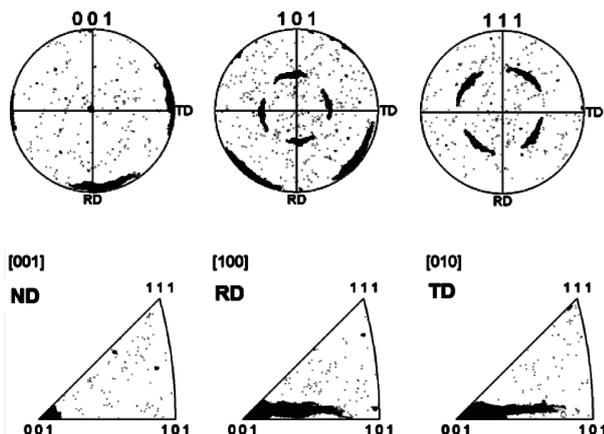


図 10 押し込み痕近傍の極点図および逆極点図

図 10 に 15N で押し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。押し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。

## 2.3 再結晶実験結果

図 11 に 15N で押し込み加工した試験片を 600°C で焼鈍したときの IPF マップを示す。(a)が 10 分間、(b)が 20 分間、(c)が 60 分間焼鈍したものである。(a)の IPF マップは図 8 のものと殆ど変わりなく、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。(b)(c)はどちらも押し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のとは異なっており、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 (b)(c)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。これは押し込み痕によって生じた塑性ひずみは押し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、結晶粒は殆ど変化なかったと説明できる。

一方、図 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し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 1 μm 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おり、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。

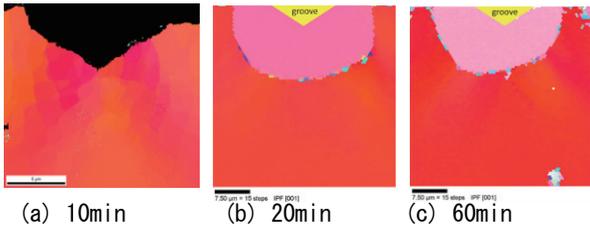


図 11 焼鈍した試験片の IPF マップ (焼鈍温度 600°C)

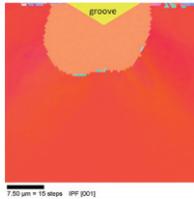


図 12 600°Cで 10 分間焼鈍した別の試験片

図 13 に図 10 と同じ条件で加工し、600°Cで 20 分間焼鈍した試験片の逆極点図を示す。これを見ると(001)近辺に殆どの点が集中し、また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。図 10 ではサブグレインが様々な方位を有し細長く広がっていたが、再結晶によりそれらが消滅し、再結晶粒の点とそれ以外の点((001)近くの点集合)に集約した。

再結晶粒は変形組織内のサブグレインから成長したと考えられるが、今回の実験からではどのような条件を満たしたサブグレインが再結晶粒に成長したかについては不明である。また再結晶機構について定量的な評価は困難である。この原因の一つは今回の実験では焼鈍前後で異なる試験片について EBSD 分析を行っている点にある。そのため再結晶過程の結晶粒を時系列的に追跡することは困難で、定性的な比較に留まる。この問題を解決し再結晶機構を定量的に明らかにするためには、今後さらに実験精度を高め、再現性・信頼性の向上が必要である。

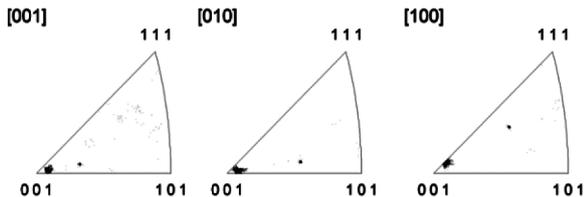


図 13 再結晶させた試験片の逆極点図

### 3. 鉄単結晶の結晶方位制御の可能性の検討

#### 3.1 加工方法

前節の微細塑性加工では塑性変形により生じるひずみ分布を正確に求めることは困難である。詳細なひずみ分布測定のための実験を行うか、結晶塑性有限要素法解析を行う必要がある。後者については多くの研究者が試みているが、信頼性のある材料データが未だ得られておらず、現状では解析結果についても十分なものとは言えない。

そこで鉄単結晶試験片に正確なひずみを加え、静的再結晶を起こした場合の再結晶粒分布を実験的に検討する。図 14 にこのために作製した平面ひずみ圧縮試験治具を示す。パンチおよびダイの幅は 1.2 mm であり、その厚さは試験片の幅と同じ 3.0 mm とした。パンチとダイの前面と後面を変位拘束板で挟み平面ひずみ変形が生じるようにした。パンチの圧下速度は 0.002 mm/s とした。潤滑剤として二硫化モリブデンペーストを用い、試験片と治具の間の摩擦を低減させた。

図 15 に剪断試験治具を示す。パンチ幅は 1.8 mm、ダイ幅は 2.0 mm とした。これによりパンチとダイのクリアランスは 0.1 mm となる。また、パンチ・ダイの厚さは共に 5 mm である。パンチの圧下速度は 0.002 mm/s とした。潤滑剤は二硫化モリブデンペーストを用いた。

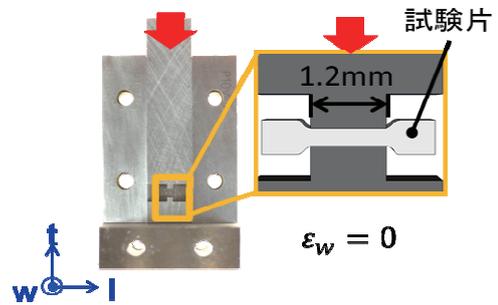


図 14 平面ひずみ圧縮試験治具

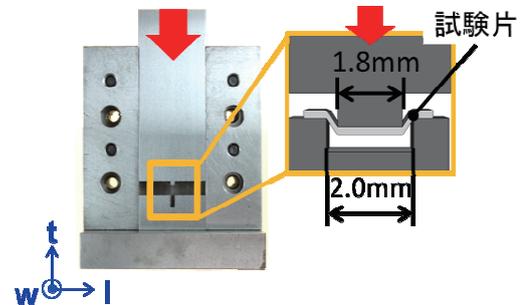


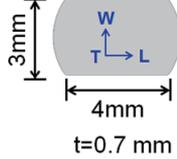
図 15 剪断試験治具

試験片は直径 5 mm、長さ 30 mm の純鉄単結晶棒よりワ

イヤ放電加工装置を用いて切り出した。図 16 に試験片の形状および表 1 に試験片の結晶方位を示す。ここで、L、W、T の順に試験片長手方向、幅方向、厚さ方向である。

表 1 単結晶試験片の結晶方位および形状

	l-w-t
A	[1 0 0]-[0 1 0]-[0 0 1]
B	[1 1 -2]-[1 -1 0]-[1 1 1]



### 3.2 鉄単結晶の静的再結晶挙動

図 16 に平面ひずみ圧縮試験した試験片 A の断面の結晶方位分布を示す。押し込み量は 0.3mm である。工具面（上面）に平行に(100)面が保持されたまま t 方向に試験片が圧縮されている。また W 方向も(100)面が保持されている。これは平面ひずみ圧縮のため w 方向への変形が拘束され、結晶の回転が抑制されたためである。パンチの角部では結晶回転が生じているものの、それ以外の全域で殆ど結晶方位は変化していない。

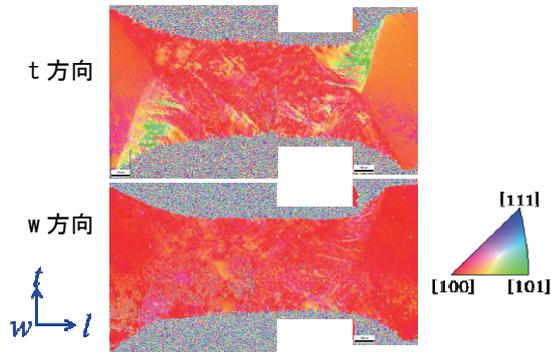


図 16 平面ひずみ圧縮試験した試験片の結晶方位分布 (試験片 A)

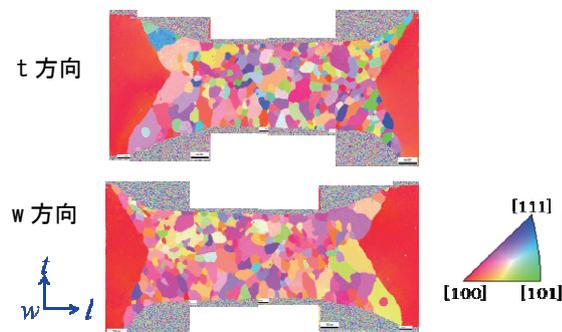


図 17 焼鈍した試験片の結晶方位分布 (試験片 A)

図 17 にこの試験片(中央で切断した残り半分)を 600°C

で 10 分間焼鈍したときの結晶方位分布を示す。この図を見ると変形部の全面的に微細な再結晶粒が生じていることが判る。結晶方位はランダムであるが、t 方向 w 方向ともに(100)面に近い面が優先的に発生しているように見える。試験片 A の平面ひずみ圧縮は変形方向が結晶の対称軸に一致しており、剪断ひずみの集中や結晶回転が殆ど生じなかったため明確な再結晶方位の偏向が生じなかったものと推察される。

図 18 に平面ひずみ圧縮試験した試験片 B (押し込み量 0.388mm) の断面の結晶方位分布を示す。圧縮面(t 方向)に平行に(111)面が保持され、両端が変位拘束されなかったため回転が起きたと考えられる。また平面ひずみ圧縮のため w 方向への変形が拘束されたことにより w 方向に(101)面が平行に保持されている。

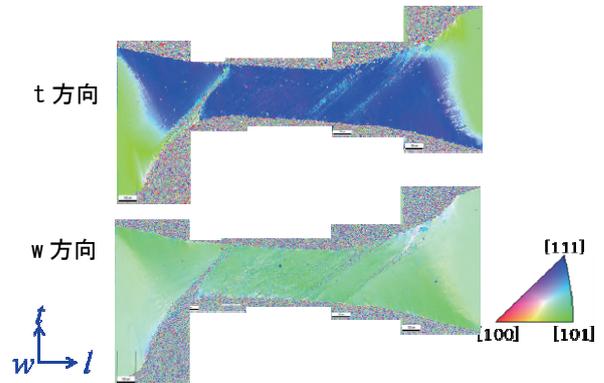


図 18 平面ひずみ圧縮試験した試験片の結晶方位分布 (試験片 B)

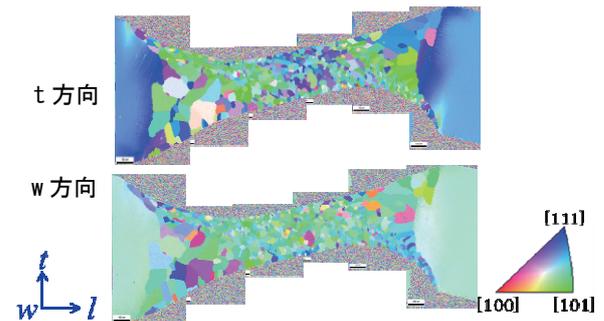


図 19 焼鈍した試験片の結晶方位分布 (試験片 B)

図 19 にこの試験片(中央で切断した残り半分)を 600°C で 10 分間焼鈍したときの結晶方位分布を示す。これを見ると t 方向 w 方向に(101)面が向いた結晶が優先的に発生していることが判る。この場合結晶内に剪断変形が生じ易くまた変形量(ひずみ)も比較的大きかったことが再結晶粒が(101)面に揃う要因になったものと考えられる。

現状では定量的な議論に至らないが、今後、実験の精度を高めることにより具体的な再結晶方位の決定機構が明らかになると期待される。

図 20 に図 15 の剪断加工治具で剪断変形させた試験片の再結晶粒方位分布を示す。図は剪断応力の働くダイとパンチのクリアランス部（クリアランス 0.1 mm）を示している。試験片 A を用い、w-t 面に平行に剪断加工したものである。パンチの圧下量は 0.09 mm であり、加工後 600°C で 20 分間焼鈍した。

図 20 より、上部のパンチと下部のダイの角部に再結晶粒が発生していることが判る。これはこの部分に大きなひずみが生じていたことを意味している。単純な剪断変形は材料の回転を伴うため、結晶にひずみを加えるとともにサブグレインの結晶方位を制御するのに都合が良いと考えられたが、クリアランス部に加わる剪断ひずみよりダイ角部の押込み加工の影響が大きいことが判った。このため、パンチとダイによる剪断ひずみを付与する方法はこのままでは結晶組織制御に適しておらず、角部におけるひずみの集中を除く方法の開発が必要である。

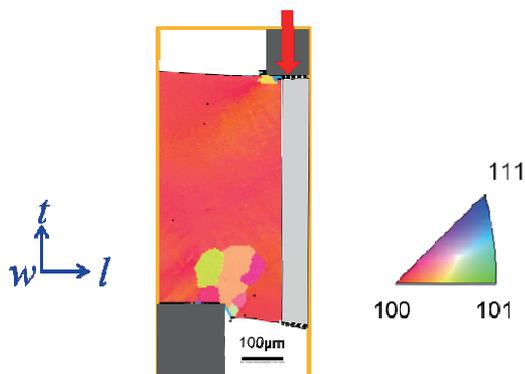


図 20 剪断ひずみを与えた試験片の再結晶方位分布（試験片 A）

#### 4. ま と め

鉄系材料の結晶方位を制御するための加工技術の開発を目指し、鉄単結晶の静的再結晶過程を実験的に検討した。

1) 鉄単結晶に微細塑性加工を施すことによりサブグレイン組織が生成し、さらに熱処理を施すことによりそれらサブグレイン組織から再結晶が始まると考えられる。再結晶粒の結晶方位を制御するためにはサブグレインの構造と再結晶過程の関係を定量的に検討することが必要である。

2) 単結晶の塑性ひずみ量と静的再結晶現象の関係を定量的に検討するために、平面ひずみ圧縮および単純剪断に

より試験片に所定のひずみを与えた上で、焼鈍を施し、それにより生じた静的再結晶粒を分析した。平面ひずみ圧縮において強い剪断ひずみおよびサブグレインの回転が生じる場合、静的再結晶粒の結晶方位分布に偏向が生じることが判った。一方、単純な剪断加工ではパンチおよびダイ角部より再結晶が生じることが判った。これはクリアランス部に生じる剪断ひずみより、パンチおよびダイ角部に生じるひずみの集中の方が強いためである。剪断加工により再結晶方位を制御するにはこのひずみ手中を解消する方法の開発が必要である。

#### 謝 辞

本研究を支援して頂いた公益財団法人天田財団に篤く感謝の意を表します。

#### 参考文献

- [1] Yoshino M., Sivanandom A., Fujii N., Nano forming of glasses by indentation, Trans. JSEM C, 70, 696 (2004), pp. 2548-2554. (in Japanese)
- [2] 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.