

SPCC 材の曲げ変形に対する集合組織の SEM-EBSD その場観察

成蹊大学 理工学部 システムデザイン学科

教授 酒井 孝

(平成 26 年度一般研究開発助成 AF-2014026)

キーワード：集合組織，結晶方位，SEM-EBSD 観察，曲げ，OIM 解析

1. はじめに

申請書の研究計画 1 に記載した，FE-SEM の鏡筒内に入れて使用する(株)TSL ソリューションズ社製の曲げ試験治具が故障してしまい，曲げ変形中の FE-SEM での定点観察が不可能になってしまった(当初 3 ヶ月程度の修理期間の予定であったが，報告書を執筆している現時点においても修理が完了しておらず，故障から 1 年半以上経過している)．これを用いて最大曲げ角度 90° まで 15° 間隔 (180° ， 165° ， 150° ， 135° ， 120° ， 105° ， 90°) で 7 段階の定点観察を行う計画であったが，それと同じような観察環境を作るため，通常の万能試験機と曲げ治具を用いて 10° 間隔 (180° ， 170° ， 160° ， 150° ， 140° ， 130° ， 120° ， 110° ， 100° ， 90°) で 10 段階の曲げ試料を作製し，それを全て EBSD 観察した．つまり，定点観察は不可能となってしまったが，曲げ角度を細かく設定することで，曲げ変形にもなう集合組織の変化を詳細に観察して対応した．

2. 研究の目的と背景

曲げ加工の高精度化に関してベンディングマシンや金型の改良に関する研究は多いが，被加工材である金属材料の結晶方位特性を考慮した曲げ加工の高精度化に関するものは少ない．また金属材料の曲げシミュレーションに関する研究も多いが，結晶方位特性は考慮されていない．このような背景のもと，著者らはこれまでにいくつかの金属材料に対して，曲げ変形における結晶方位の変化について定量的に求めてきた^{1)~4)}．

一般的な曲げの被加工材は多結晶金属であり，これは製造工程において塑性加工と熱処理を組み合わせることで，最終的に特定方位に優先配向した集合組織を形成するものがほとんどである．この集合組織は金属の塑性異方性を決定するので，塑性加工や機械的性質と密接な関係がある．すなわち，金属の曲げ変形において集合組織の分布と状態を理解することは，非常に重要である．

本研究では，曲げの被加工材として最も一般的である SPCC 材多結晶材に対して，板厚方向に関して曲げ角度の変化に対応した集合組織の測定と結晶方位解析を行った．これより，曲げ変形にもなう集合組織の形成と回転のメカニズムを明らかにした．ここで得られた知見は，高精度曲げ加工を実現するためのメカニズム解明の一助となるだけでなく，曲げシミュレーションにおいて個々の要素に結晶方位を代入するための基礎データとしても役立つ．

3. 供試材および実験方法

供試材には板厚 $t=1.2\text{mm}$ の一般圧延鋼板の SPCC 材を使用した．定尺から $100\text{mm}\times 50\text{mm}$ にシャーリングで切り出し，曲げ試験用の試料を準備した．

曲げ試験は 50kN ロードセルの万能試験機に，(株)アマダ社製のパンチ先端半径 $R=0.65\text{mm}$ ，パンチ先端角度 88° のパンチ，V 幅 8mm ，ダイ角度 88° のダイ，ダイ固定レールを取付けて，内角が 90° になるまで曲げ速度 $1.0\text{mm}/\text{min}$ で 10° ごとに実施した．すなわち， 180° ， 170° ， 160° ， 150° ， 140° ， 130° ， 120° ， 110° ， 100° ， 90° の計 10 種類の曲げ角度の試料を準備した．曲げ線が RD (Rolling Direction) 方向に対して垂直となるように曲げを行った．曲げ角度は曲げ後に角度測定器を用いて測定した．この曲げ試料の中央部から， $10\text{mm}\times 10\text{mm}$ の曲げ部をシャーリングで切り出し集合組織観察した．

集合組織観察は日本電子(株)製の電界放出型走査型電子顕微鏡 (FE-SEM, JSM-7001F) を用いて，EBSD 法により局所的な結晶方位測定を行った．観察準備として，1.0 インチサイズの導電性樹脂に埋め込んだ試料を以下のノウハウの手順に従って精密研磨を行った．研磨機は Buehler 社製の EcoMet 3000 を用いた．

- (1) 面出し研磨：#200, #400, #600, #1000, #2000, #3000 の耐水研磨紙を用いて回転数 120rpm，荷重 4lb，120s
- (2) 中間仕上げ研磨： $3\mu\text{m}$ のメタダイ (ダイヤモンド) を用いて回転数 120rpm，荷重 4lb，240s
- (3) 最終仕上げ研磨 1： $1\mu\text{m}$ のアルミナ (酸化アルミニウム) を用いて回転数 120rpm，荷重 3lb，60s
- (4) 最終仕上げ研磨 2： $0.03\mu\text{m}$ のコロイダルシリカ (窒化ケイ素) を用いて回転数 120rpm，荷重 3lb，1.8ks

SEM 観察と EBSD 測定では，試料座標系を ND (Normal Direction) 方向に設定し，およそ $250\mu\text{m}\times 90\mu\text{m}$ の範囲を $0.2\mu\text{m}$ 間隔で走査した．これを板厚方向に 5 枚繋げて，1 つの EBSD 画像が板厚 $t=1.2\text{mm}$ をカバーするようにした．すなわち結晶方位について調べた巻末の表 1~表 4 の全てのマップにおいて，1 枚の画像の上から下までちょうど板厚 $t=1.2\text{mm}$ に対応している．この観察イメージを図 1 に示した．集合組織の面積率は，隣接する結晶粒の方位差 15° 未満を同一方位成分として解析した．このようにして作成した EBSD 画像に対して(株)TSL ソリューションズ社製の OIM ver. 7.0 を用いて，種々の結晶方位解析を行った．

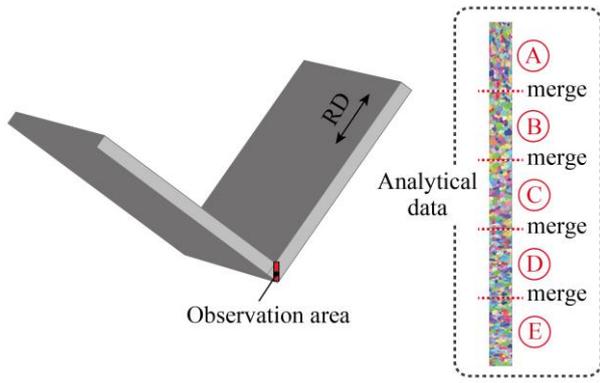


図1 曲げ部の測定点と画像結合のイメージ

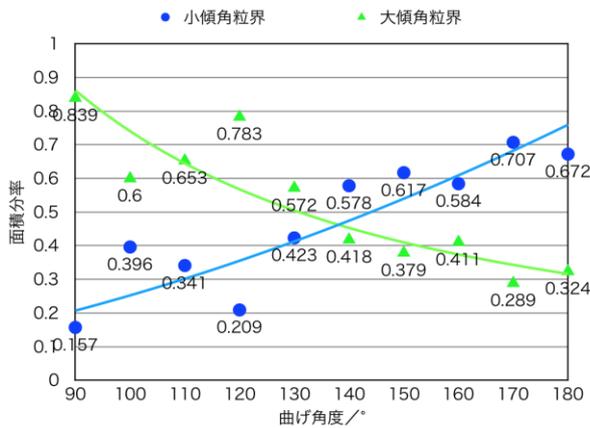


図2 小傾角粒界と大傾角粒界の面積分率

結晶方位に関する解析は、IQ (Image Quality) マップ、IPF (Inverse Pole Figure) マップ、KAM (Kernel Average Misorientation) マップ、GROD (Grain Reference Orientation Deviation) マップ、ODF (Orientation Distribution Function) マップ、などについて多角的かつ定量的に行った。

4. 解析結果および考察

4・1 IQによる評価

巻末の表1に、曲げ角度ごとのIQ (Image Quality) マップと小傾角粒界および大傾角粒界を示した。IQではパターンの良し悪しにより結晶ひずみに対応した情報を表示できる。図中の黄色の実線は隣接方位差 $2^\circ \leq \theta < 15^\circ$ の小傾角粒界、黒色の実線は隣接方位差 $\theta \geq 15^\circ$ の大傾角粒界をそれぞれ表している。

小傾角粒界の導入は、画像中央の中立軸部から距離が離れた圧縮側および引張側それぞれの表層部で顕著となった。一般に小傾角粒界は再結晶過程の回復が起こる際に導入されることが知られているが、ここでの小傾角粒界の増加は曲げひずみの増加によって導入されたものである。小傾角粒界と大傾角粒界を定量的に図示した図2より、曲げ角度の増加とともに、小傾角粒界が増加して大傾角粒界が

減少していることが分かる。この両者の割合が逆転するのは、曲げ角度 130° と 140° の間となった。

4・2 IPF マップによる評価

巻末の表2に、曲げ角度ごとのIPF (Inverse Pole Figure) マップを示す。これらは試料座標系をND方向に設定し、結晶面がどの方向に配向しているかを表したものである。曲げ角度の増加すなわち曲げ応力の負荷にともなって、もともと等軸状の結晶粒が圧縮側では縦方向に伸長、引張側では横方向に伸長する一般的な傾向が見られた。しかしここから得られる結晶方位の情報に関しては、主だった変化は見られなかった。

4・3 KAM マップによる評価

巻末の表3に、曲げ角度ごとのKAM (Kernel Average Misorientation) マップを示す。KAMマップは隣接測定点から微視的方位変化や局所方位差を表しており、KAM値の大小は(特にGN (Geometrically Necessary Dislocations)) 転位の堆積と比例する。

図ではKAMの最大値を 5° としている。納入材の 180° の状態でも板厚方向全体でうっすらと青色で色付けされていることから、ある一定のKAM値を有していることがわかる。このことは図3に示した 180° のKAM値分布からも明らかで、 0.5° までのKAM値におよそ0.7の面積分率が分布している。この上で曲げ変形が加わると、 140° より鋭角の 90° の間で特に圧縮側と引張側にKAM値の高い領域が現れる。そしてその幅は曲げ角度に応じて 90° に近づくほど広がった。

4・4 GROD マップによる評価

巻末の表4に、曲げ角度ごとのGROD (Grain Reference Orientation Deviation) マップを示した。GRODは1つの結晶粒内での方位差を表しており、今回は最大値を 30° に設定した。このGRODは結晶ごとの残留ひずみも表している。

130° よりも鋭角に曲げた場合に、圧縮側表層部および引張側表層部に粒内方位差が大きい結晶粒が散見される。この境界は、上述した小傾角粒界と大傾角粒界の割合が逆転した境界と一致する。この傾向はさらに曲げ角度が鋭角になるほど顕著で、特に 110° 、 100° 、 90° では粒内方位差が大きい赤色の付いた結晶粒が増えた。

100° 圧縮側の四角破線部を、図4としてIPFとGRODの同一箇所を比較して表示した。図では①~⑧まで番号を付けた結晶粒が特に方位差が大きい。IPFからわかるこれらの結晶方位はランダムであり、ある特定方位が優先して結晶回転しているわけではないことがわかる。すなわち、ある特定方位が優先的に回転するよりも、ここでは曲げにおける圧縮や引張の応力が支配的に結晶を回転させた。

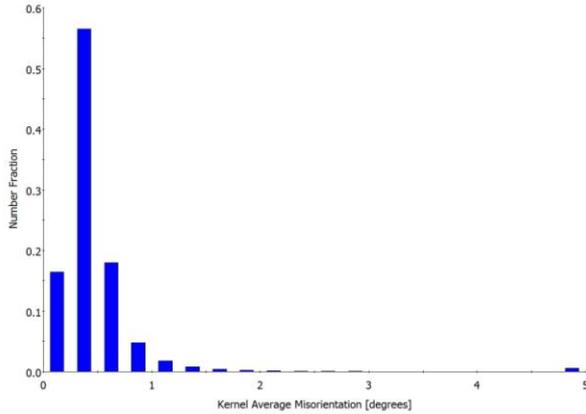


図3 180° (納入材) の KAM 値分布

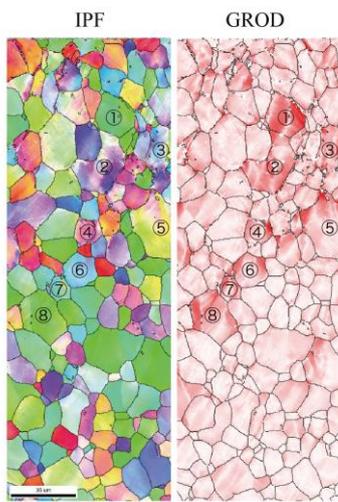


図4 同一箇所 IPF と ODF 比較 (100°圧縮側)

4・5 ODF マップによる評価

巻末の表 5 に、曲げ角度ごとの ODF (Orientation Distribution Function) マップ ($\phi_2=45^\circ$ 断面) を示した。ODF はオイラー空間内に結晶方位分布を示したものであり、 $\phi_2=0^\circ, 45^\circ$ (特に今回の bcc 金属では 45°) 断面を観察することで、特定の集合組織を表すことができる。今回の集合組織に関連した ODF マップの見方チャートも合わせて示した。

SPCC などの bcc 金属は、圧延などの加工により $\{001\}\langle 110\rangle \sim \{111\}\langle 110\rangle$ (すなわち RD// $\langle 110\rangle$ の繊維状組織: ODF マップの見方チャートの緑色破線の α -fiber や、 $\{111\}\langle 110\rangle \sim \{111\}\langle 112\rangle$ (すなわち ND// $\langle 111\rangle$ の繊維状組織: ODF マップの見方チャートの青色破線) の γ -fiber に集積することがあるが、ここでの納入材および曲げ変形中ではこれらの代表的な集合組織は示さなかった。

納入材では $(110)[1-11]$ と $(113)[-1-21]$ に弱く集積していた集合組織が、曲げ変形とともに $(110)[1-11]$ の集積が強くなった。最終的に 90° 曲げた段階では、 $(110)[1-11]$ の集積が $(331)[2-33]$ 方向に移動し集合方位変化した。 $(113)[-1-21]$

の集積は強さを増しながら 90° 曲げで最終的に $(113)[-3-32]$ へ移動した。

5. 結言

本研究では、SPCC 材多結晶材に対して曲げ角度の変化に対応した集合組織の測定と結晶方位解析を行った。今回得られた知見は以下のとおりである。

- (1) IQ マップによる評価から、小傾角粒界の導入は、画像中央の中立軸部から距離が離れた圧縮側および引張側それぞれの表層部で顕著となった。曲げ角度の増加とともに、小傾角粒界が増加して大傾角粒界が減少していることが分かった。この両者の割合が逆転するのは、曲げ角度 130° と 140° の間であった。
- (2) IPF マップによる評価では、曲げ角度の増加にともなう主だった変化は見られなかった。
- (3) KAM マップによる評価から、納入材の 180° の状態でも 0.5° までの KAM 値におよそ 0.7 の面積分率が分布していることがわかった。この上で曲げ変形が加わると、 140° より鋭角の 90° の間で特に圧縮側と引張側に KAM 値の高い領域が現れた。
- (4) GROD マップによる評価から、 $110^\circ, 100^\circ, 90^\circ$ で圧縮側表層部および引張側表層部に粒内方位差が大きい結晶粒が見られた。IPF と GROD の同一箇所の比較では、ある特定方位が優先して結晶回転しているわけではなく、圧縮や引張の応力が支配的に結晶を回転させたことがわかった。
- (5) ODF マップによる評価から、納入材および曲げ変形中に α -fiber および γ -fiber を示さなかった。納入材では $(110)[1-11]$ と $(113)[-1-21]$ に弱く集積していた集合組織が、最終的に 90° 曲げた段階では、 $(110)[1-11]$ の集積が $(331)[2-33]$ 方向に移動し集合方位変化した。 $(113)[-1-21]$ の集積は強さを増しながら 90° 曲げで最終的に $(113)[-3-32]$ へ移動した。

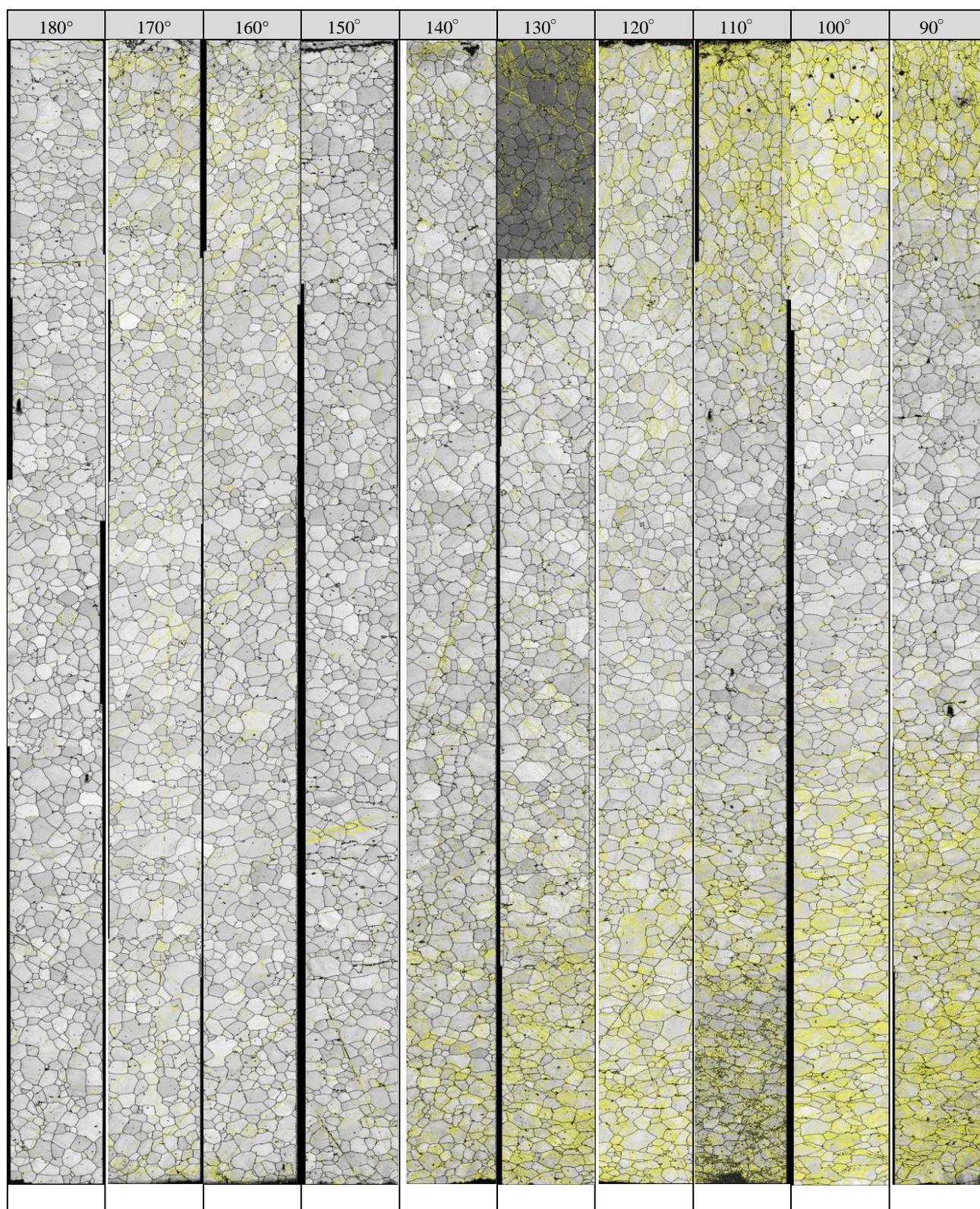
謝辞

本研究は、公益財団法人天田財団の平成 26 年度一般研究開発助成 (AF-2014026) を受けて行われた。FE-SEM-EBSD 装置による結晶方位観察は、大学院生の鈴木葵さんの助力により行われた。ここに深く感謝の意を表す。

参考文献

- 1) Yuko MATAYOSHI・Takashi SAKAI・Ying-jun JIN・Jun-ichi KOYAMA: International Journal of Chemical, Nuclear, Metallurgical and Materials Engineering, 8-12 (2014), 1278.
- 2) 酒井 孝・平尾哲郎・小俣 均・小山純一: JCOSSAR 2011, A-7 (2011), 554.
- 3) 酒井 孝・則近孝彰・森本秀夫: JCOSSAR 2011, A-7 (2011), 542
- 4) 酒井 孝・平尾哲郎・小俣 均・小山純一: 塑性と加工, 54-625 (2013), 158.

表1 曲げ角度ごとの IQ (Image Quality) マップと小傾角粒界と大傾角粒界



RD ↑
TD ←

表2 曲げ角度ごとの IPF (Inverse Pole Figure) マップ

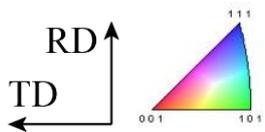
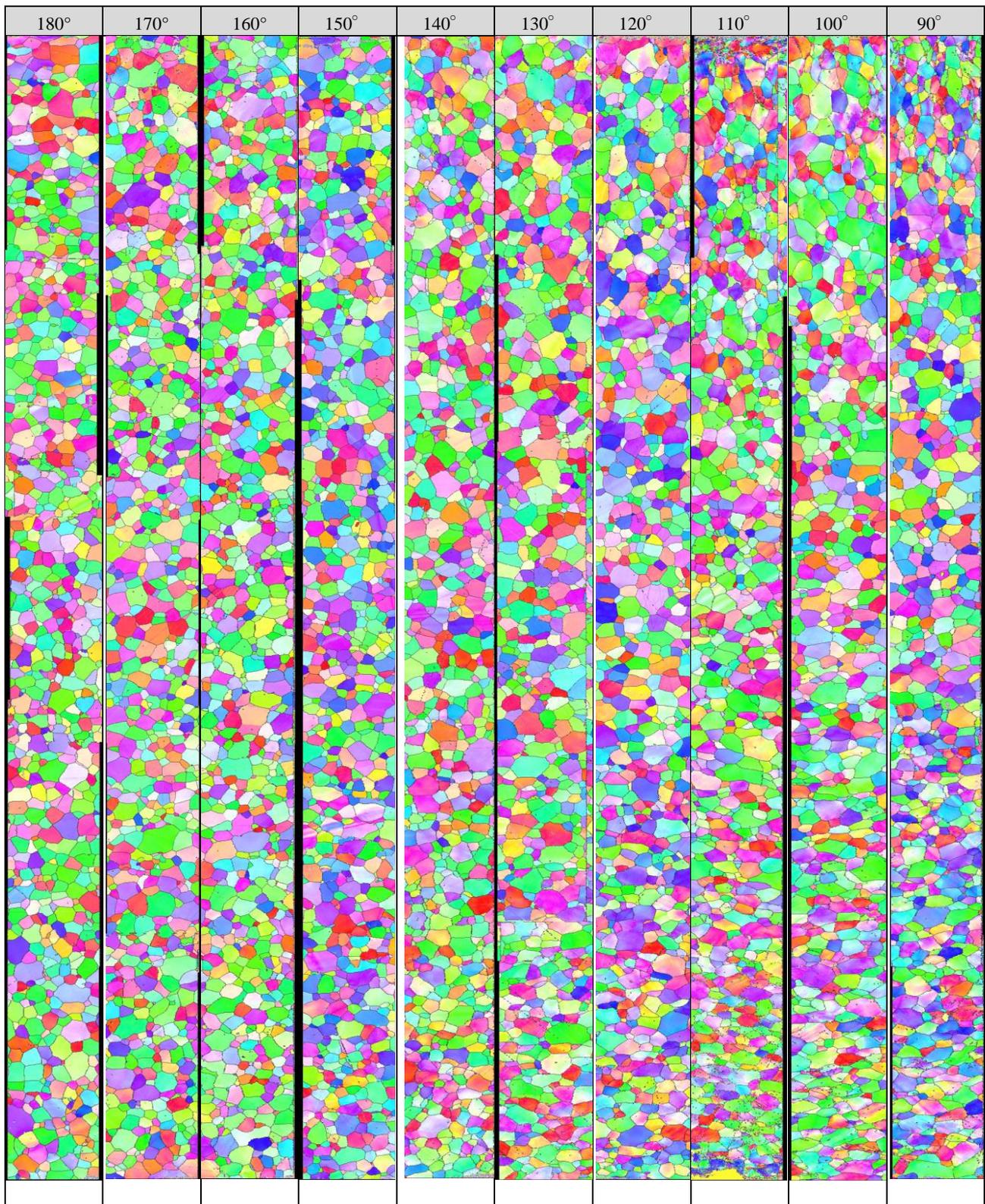


表3 曲げ角度ごとの KAM (Kernel Average Misorientation) マップ

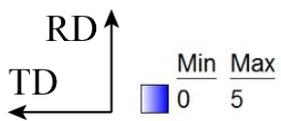
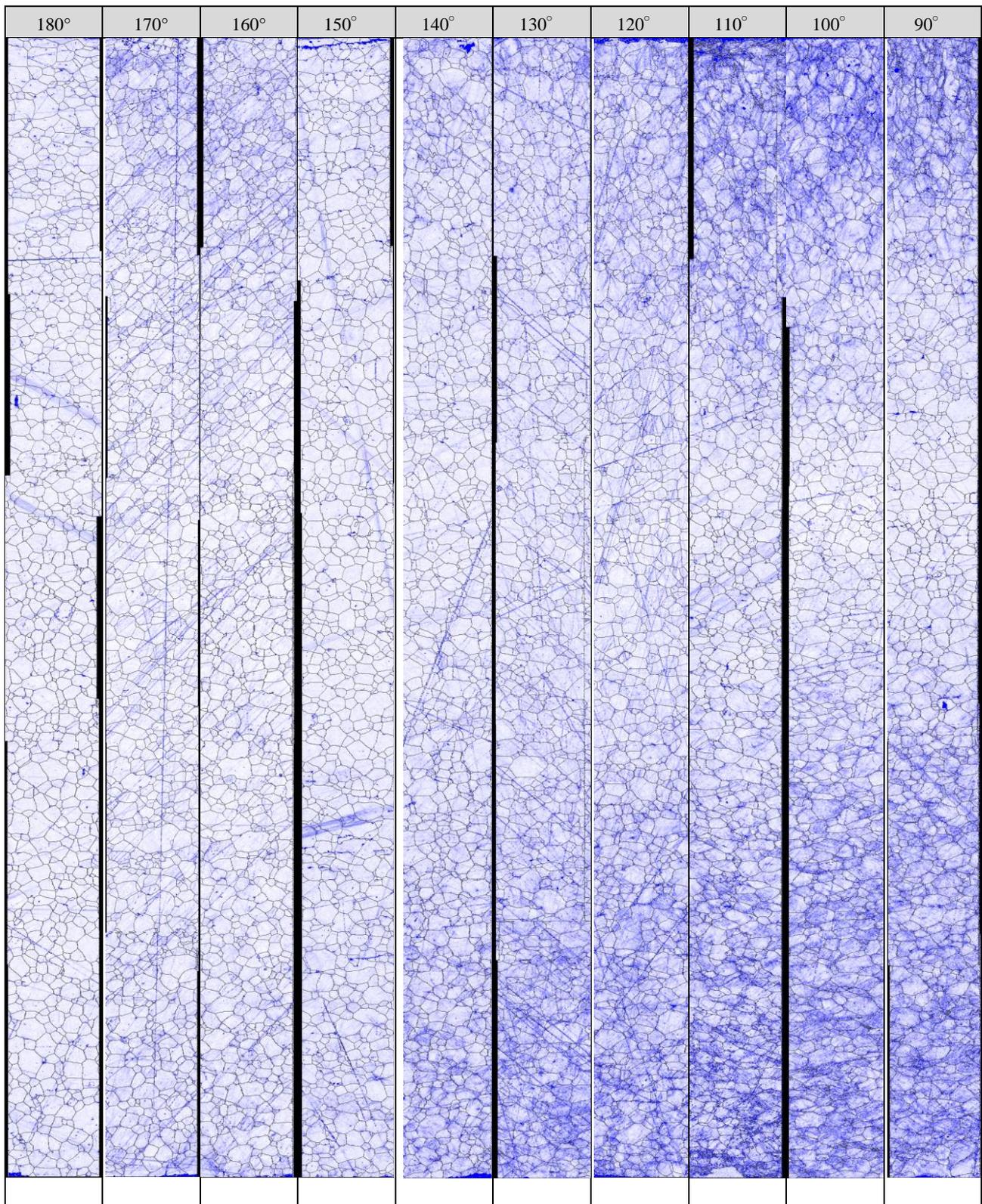


表4 曲げ角度ごとの GROD (Grain Reference Orientation Deviation) マップ

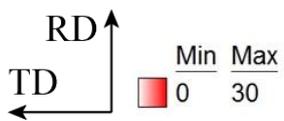
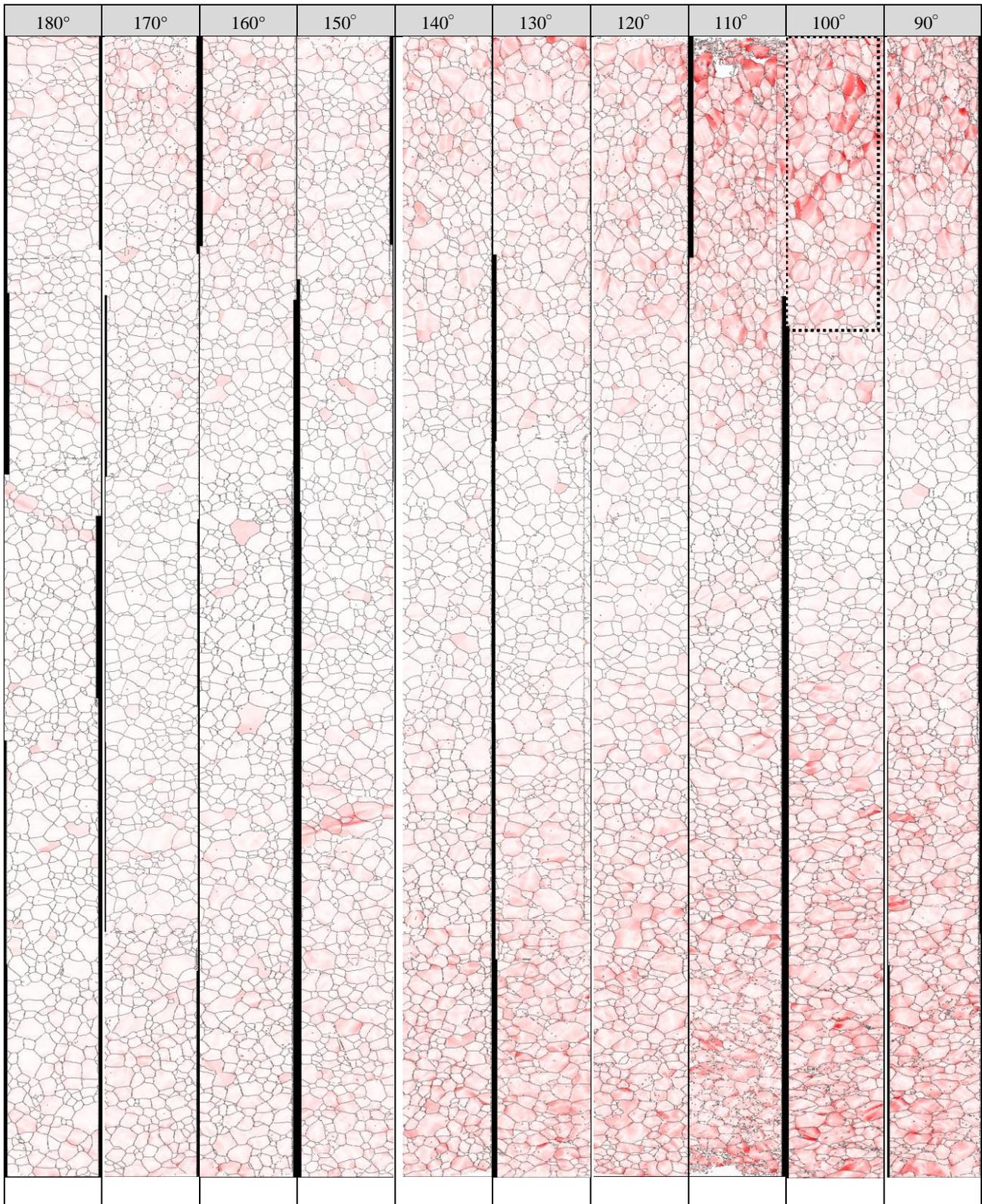
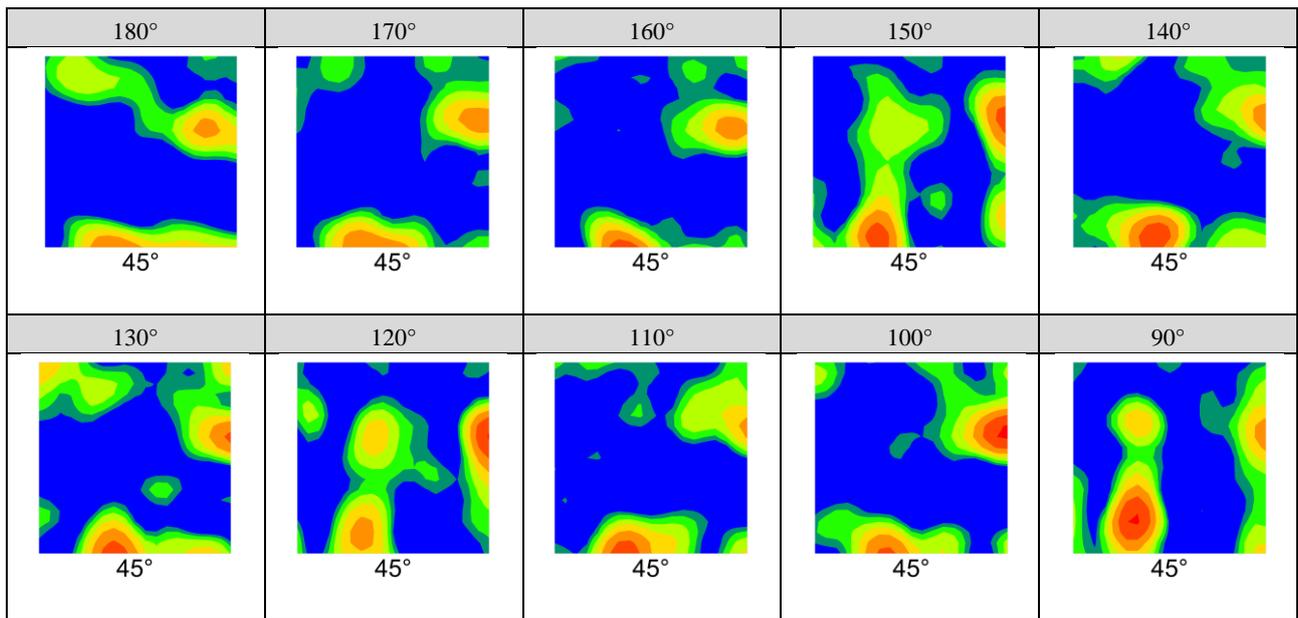


表5 曲げ角度ごとの ODF (Orientation Distribution Function) マップ ($\phi_2=45^\circ$ 断面)



ODF マップの見方チャート

