



M. Yoshino

純鉄の静的再結晶組織に及ぼす 塑性ひずみの影響

吉野 雅彦*

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、素材の高強化や高機能化が重要な技術的課題となっている。このためには鉄鋼材料などの汎用の材料の特性を飛躍的に向上させる必要がある。しかし合金化による材料特性の改良は、金属元素の供給の安定性やリサイクル性に問題が生じ易いという課題を抱えている。

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。しかしこれまでの結晶組織制御技術は板材など一次素材の製造には利用されているが、複雑形状を有する機械部品には適用できない。機械部品の組織と材料特性を局所的に自在に変化させることが出来れば、機械部品の軽量化、設計自由度の拡大、生産コストの低減などに大きな効果が期待できる。しかし塑性加工によるひずみが組織変化に及ぼす機構はまだ不明な点が多く、経験的データの蓄積に基づく回帰的予測の範囲を超えることは困難である。

そこで著者らは塑性ひずみが鉄鋼材料の組織変化に及ぼす影響を定量的に解明し、任意のひずみ履歴において生じる結晶組織を予測することを目指している。本報では、合金成分を含まない純鉄の静的再結晶を対象とし、再結晶核発生、粒成長に及ぼす塑性変形の影響に関する検討について報告する。

2. 純鉄単結晶の静的再結晶機構の検討¹⁻³⁾

結晶内に蓄積された塑性ひずみがどの様に再結晶に影響するか定量的に検討するために、純鉄単結晶を用いて、正確な塑性ひずみを与え、熱処理により生じる再結晶過程を分析した。純鉄単結晶の丸棒（φ6mm×30mm）をWEDMにて厚さ0.5mmに3枚にスライスし、次いで図1のような引張試験片形状に加工した。これにより同じ結晶方位を有する3枚の試験片を作製した。また切り出し方向を変えることにより3通りの異なる結晶方位の試験片を作製した。専用の精密引張試験装置で引張試験を行い、その後、非酸化雰囲気中で600℃で所定の時間焼鈍した。変形前後および焼鈍後の結晶組織をEBSDで分析した。

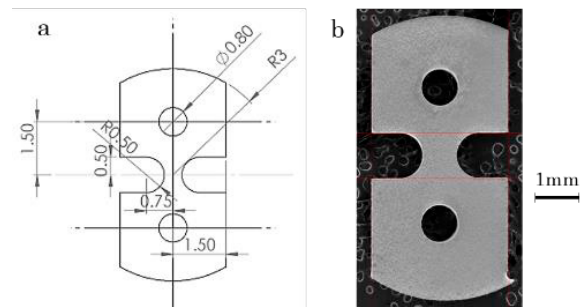


図1 実験及びシミュレーションに用いた試験片形状

図2に引張試験をした後の試験片のIPFマップの例を示す。試験片の元の結晶方位によっては斜め方向の剪断変形が見られ、結晶方位分布に偏りが生じていることが判る。また図3に3種の結晶方位の試験片の変形後のKAM値分布を示す。試験片の初期結晶方位によってKAM値の発達が大きく異なることが判る。KAM値は転位密度に関係あるパラメータと言われおり、この結果より変形による転位の蓄積は結晶方位に依存することが判る。その後の熱処理により生じる再結晶核の発生、粒成長は結晶内に蓄積された転位のエネルギーが駆動力になると考えられており、静的再結晶過程も初期結晶方位に影響されることを示唆している。

図4に600℃で繰り返し熱処理したときの静的再結晶の例を示す。この例では約13分の焼鈍後に試験片の縁部分から再結晶核が発生し、成長していることが判る。発生した再結晶粒の結晶方位は母材の結晶方位と全く異なる方位を有している。また再結晶核の発生位置はKAM値の高い部分（図3e）と必ずしも一致していない。試験片は約0.5mmの厚さがあり、内部から発生している可能性がある。

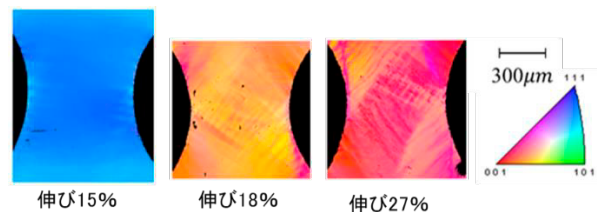


図2 引張試験をした後の試験片のIPFマップ

*東京工業大学工学院 教授

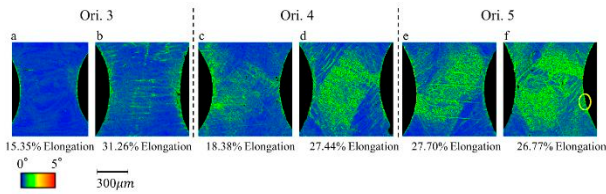


図3 引張試験をした後の試験片のKAM値分布

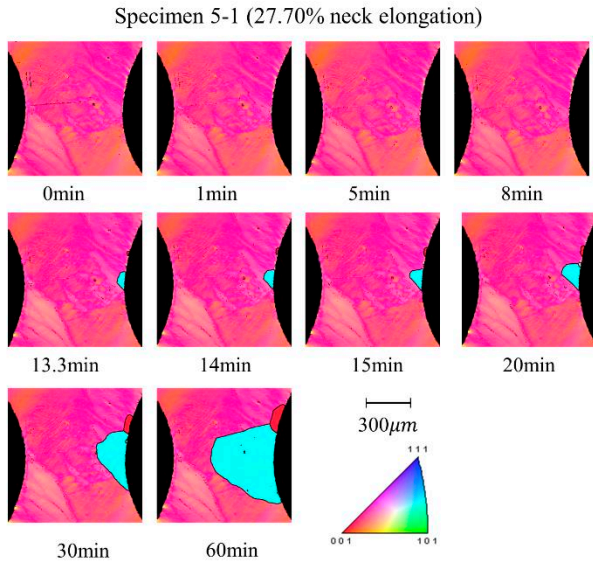


図4 熱処理による静的再結晶過程

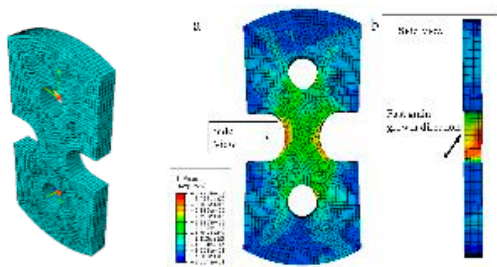


図5 有限要素法解析モデルとシミュレーション例

これらの試験片の変形を結晶塑性有限要素法解析と比較した。引張試験における変形—荷重曲線との比較により結晶塑性有限要素法の材料パラメータを同定し、結晶変形、ひずみ分布、結晶方位の変化をシミュレートした。図5に解析モデルとシミュレートした相当ひずみ分布の例を示す。結晶異方性の影響で非対称なひずみ分布が生じていることが判る。

図6に結晶塑性有限要素法解析より模擬的に計算したKAM値分布を示す。EBSDで測定したKAM値分布(図3)は試験片中央部にKAM値が広く分布しているのに対して、解析値では中央部は低い値を示している。これは解析における要素分割の大きさとEBSD分析における実際の計測ステップが非常に異なること、また実際の結晶変形は転位

セルのような微細構造を形成することによって考えられる。図4の再結晶核の発生位置は図6eの高KAM値部分と一致しており、KAM値が再結晶核発生に関与していると考えられる。KAM値が影響するという事は、材料のマクロな変形量だけではなく結晶の変形様式も影響するので、変形様式の違いの影響も検討する必要がある。

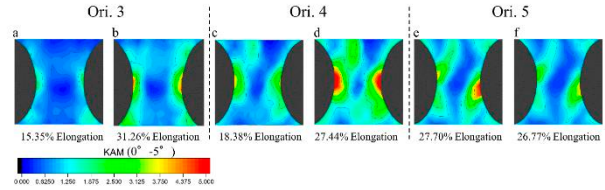


図6 シミュレーションより求めたKAM値分布

3. 変形様式が静的再結晶に及ぼす影響⁴⁾⁻⁶⁾

変形様式の違いによる再結晶粒の生成状況の違いを検討するため、切削加工と圧延加工により予ひずみを与えた多結晶純鉄の再結晶組織を比較した。図7に示すようにφ100 mmの純鉄丸棒を素材として、CNC旋盤にて外周を二次元切削し帯状の切屑を取得した。一方、同素材から厚3 mm×幅10 mm×長30 mmの板状試験片を切り出し、1パスの平圧延を行った。これらの試験片をアルゴン雰囲気炉にて500 °Cで5分間の熱処理を行った。加工後および熱処理後の結晶組織をSEM-EBSDにより分析した。

表1にそれぞれの加工条件を示す。なお切屑試験片の剪断ひずみ γ は単純剪断面モデルに基づいた値であり、また圧延試験片の圧縮ひずみ ϵ_H は公称ひずみで表している。どちらも大ひずみなのでHenckyひずみを用いることにより、相当ひずみはそれぞれ以下のように求まる。圧延試験片には切屑試験片の約1.8倍の大きな塑性ひずみが加わっていることが判る。

$$\text{切屑試験片 } \bar{\epsilon}_{eq} = \frac{1}{\sqrt{3}} \ln \frac{2+\gamma^2+\gamma\sqrt{\gamma^2+4}}{2} = 1.53$$

$$\text{圧延試験片 } \bar{\epsilon}_{eq} = \frac{2}{\sqrt{3}} \ln \left(\frac{H_1}{H_2} \right) = 2.76$$

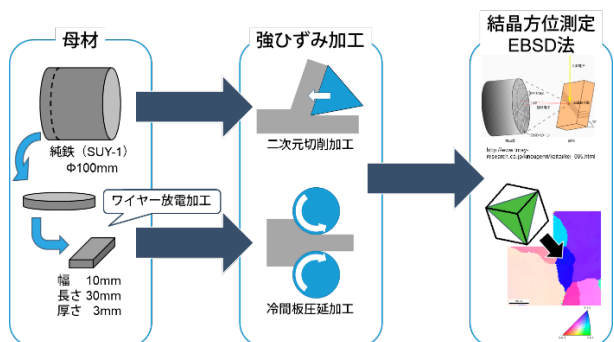


図7 純鉄丸棒を用いた加工熱処理実験

表 1 加工条件

切削加工		圧延加工	
工具材種	WC-Co	ロール径	40 mm
すくい角 α	10°	ロール回転速度	10 rpm
切削速度	25m/min	圧下率	0.91
切取厚さ t_0	0.04mm	圧延パス数	1
潤滑条件	Dry	潤滑条件	Dry
切屑厚さ t_c	0.15mm	圧延前板厚 H_1	2.96mm
剪断角 ϕ	15.8 °	圧延後板厚 H_2	0.27mm
剪断ひずみ γ	3.6	圧縮ひずみ ϵ_H	-0.91

図 8 に切屑試験片と圧延試験片の IPF マップを示す。(a)の切屑試験片では細かいサブグレインが生成しているのに対して、(b)の圧延試験片では部分的に大きな結晶粒が残り、不均一な変形組織となっている。また大きな結晶粒内ではなだらかに結晶方位が変化している。

図 9 に両者のサブグレインの平均粒径の分布を示す。切屑試験片では殆ど 1 μ m 以下に集中しているのに対し、圧延試験片では 25 μ m まで広く分散している。明らかに切削加工は圧延加工より微細で均一なサブグレインの生成に効果的であることが判る。

図 10 にそれぞれの試験片の KAM マップを示す。(a)の切屑試験片では多数の亜粒界が生成され、結晶方位差が亜粒界に集中したことにより、結晶粒内での KAM 値は比較的低下している。それに対して(b)の圧延試験片では亜粒界が少なく、その分結晶粒内に KAM 値の高い部分が生じている。

図 11 に KAM マップより求めた粒界面の割合の分布を示す。切屑試験片では大きな粒界面の割合が多いのに対して、圧延試験片では 10° 近くに集中している。切屑試験片では大傾角粒界のサブグレインが多数生成したことを示している。

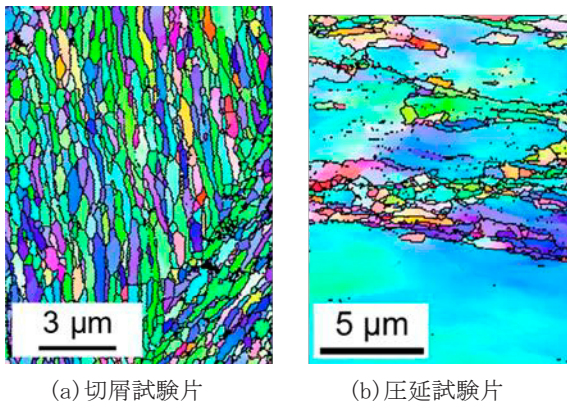


図 8 加工後の IPF マップ

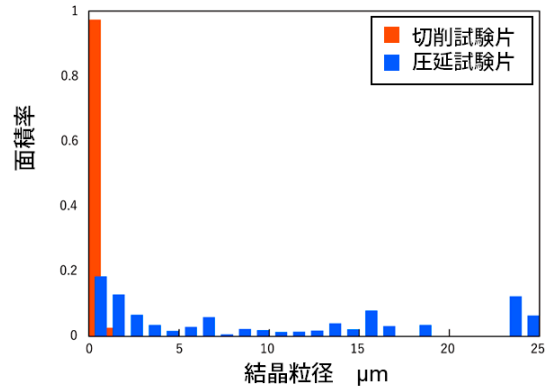


図 9 サブグレインの粒径分布

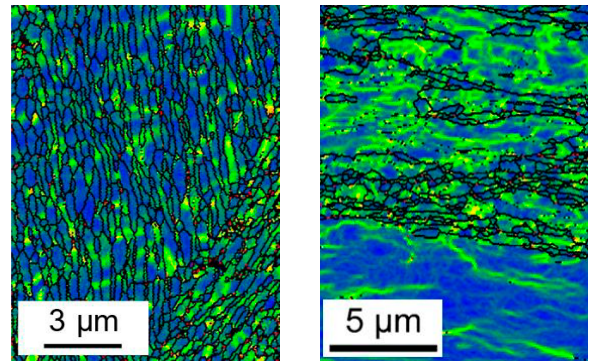


図 10 加工後の KAM マップ

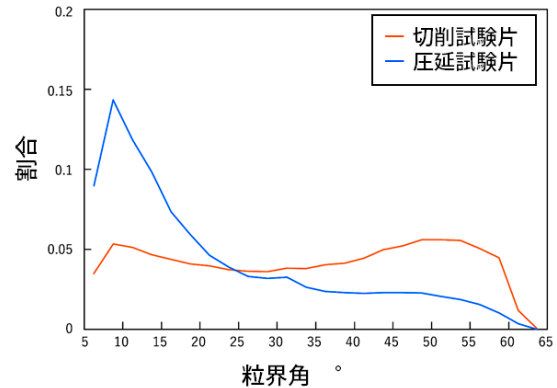


図 11 粒界面分布の比較

図 12 にそれぞれの試験片を 600°C で 1 分間熱処理した後の IPF マップを示す。切屑試験片では均一で微細な再結晶組織が見られるのに対し、圧延試験片では所々に大きな再結晶粒が見られる。

図 13 に再結晶後の結晶粒径分布を示す。切屑試験片では約 3 μ m に高いピークがあり、殆ど 15 μ m 以下に集中している。それに対して圧延試験片ではピークが低く 30 μ m 程度まで広く分布している。このように粒径分布には明らかに異なる特徴がある。

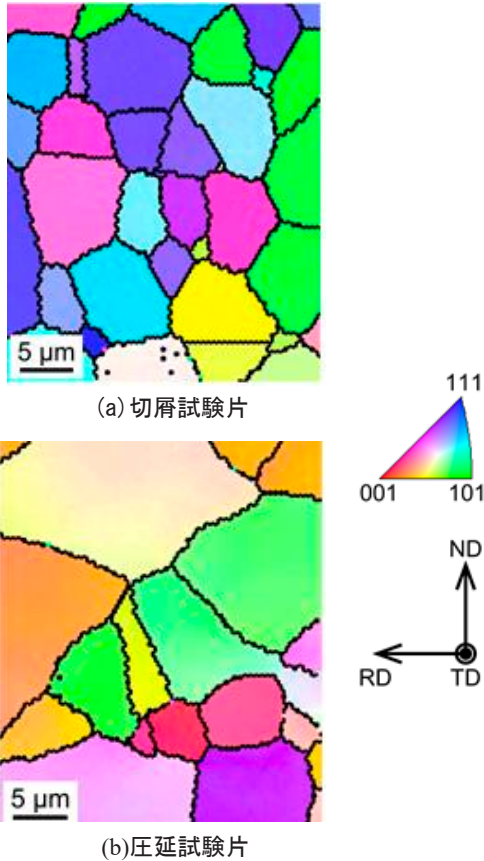


図 12 焼鈍後 (600°C 1分) の IPF マップの比

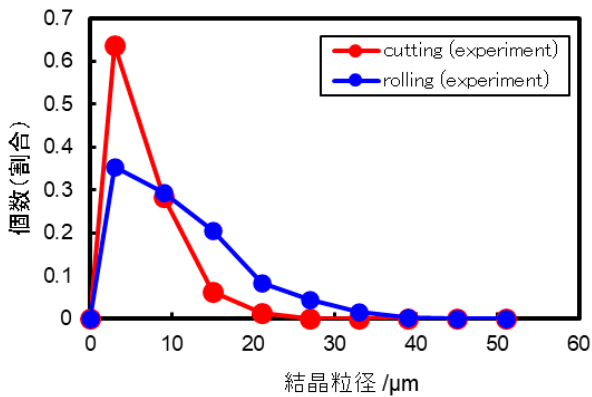


図 13 粒径分布の比較

図 14 に焼鈍時間に対する平均粒径の変化を示す。粒成長は 1 分で終了し、切屑試験片は平均粒径約 5 μm 、圧延試験片は平均粒径約 10 μm で飽和している。また切屑試験片の粒径の標準偏差は圧延試験片の粒径の標準偏差より小さい。

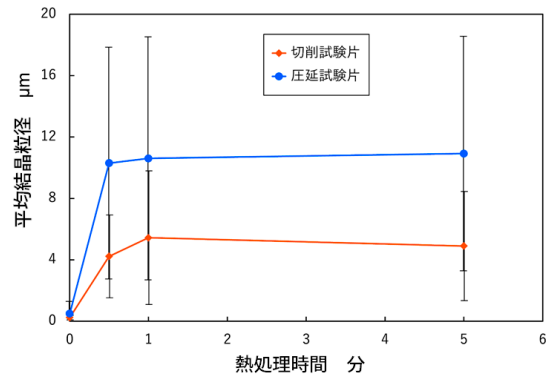


図 14 焼鈍時間に対する平均粒径の変化

切屑試験片に加えられた塑性ひずみは圧延試験片に加えられた塑性ひずみより小さいにもかかわらず、均一で微細な再結晶粒径が生成したことになる。両者の熱処理条件は同じなので、切屑加工の方が結晶粒微細化効果が大きかったと言える。これは図 8、図 9 に示された変形組織の違いに起因していると考えられる。切屑加工では結晶粒内に多数の亜粒界が生成され、そこから再結晶核が発生し、同時に多数の再結晶粒が成長したことにより、均一で微細な再結晶組織が生成されたと推察される。このように塑性ひずみの大小だけでなく加工方法が再結晶粒の生成状況に大きく影響している。

微細変形組織の違いが生じた原因として、①変形域の寸法の違い、②変形温度とひずみ速度の違い、③変形様式の違いが考えられる。

①変形域の寸法の違い：

図 15 に示すように、切屑加工では薄い剪断面で集中的な剪断変形が起こる。加工前の試験片を EBSD 分析したところ平均結晶粒径は約 80 μm であった。一方、一般の切屑条件における剪断面の厚さを本実験に当てはめると約 24 μm 程度と推定された。剪断面の上下は弾性域であり、結晶粒径より薄い剪断面内で大きな剪断変形が生じるため、結晶粒内が均一に塑性変形すると考えられる。それに対し圧延では、変形域が結晶粒より遥かに大きく結晶粒界でのすべり変形が生じ、結晶方位の回転が生じることが知られている。このため圧縮応力に対するテイラー因子の大きい結晶粒が優先的に変形し、テイラー因子の小さい結晶粒の変形が遅れ、結果的に結晶毎にひずみが不均一になると考えられる。

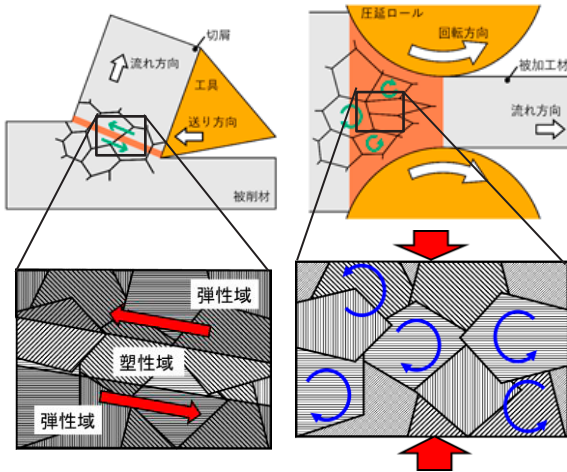


図 15 圧延と切削における試験片の結晶方位データ

ている。これは剪断変形では結晶内のすべり系の活動が活発であり、結晶内により多くの転位が蓄積することを示している。このような活発なすべり系の活動が図 8 のような緻密な変形組織の生成に寄与した可能性が考えられる。

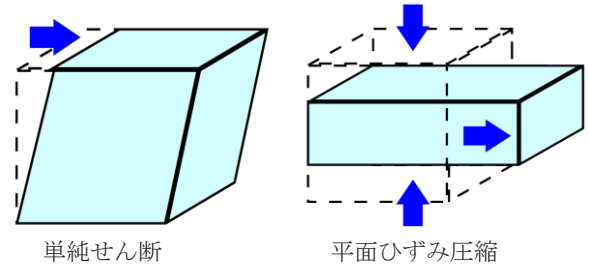


図 16 単要素の結晶塑性解析モデル

②変形温度とひずみ速度の違い：

切削加工では薄い剪断面で瞬間的に塑性変形が起き、その剪断ひずみ速度は $\dot{\gamma}_s = 1000 \sim 10000 \text{ s}^{-1}$ に達することが知られている。さらに塑性仕事が剪断面に集中するので、切屑は瞬間的に昇温する。本実験では、サーモグラフィによる測定および解析に基づき約 190°C まで昇温したと推定された。これに対して、圧延加工ではロール回転速度からひずみ速度 $\dot{\epsilon}_r = 8.0 \text{ s}^{-1}$ 程度と推定された。切削加工に比べ $1/1000$ 程度であり、温度上昇も 10°C 程度と考えられる。この様に切削加工と圧延加工でひずみ速度、変形温度とも大きく異なっており、これが変形組織内のサブグレインの分布や結晶内の転位の蓄積量の差の原因となったことが考えられる。

③変形様式の違い：

切削では剪断変形が生じるのに対し、圧延では平面ひずみ圧縮変形が生じる。そこで結晶塑性理論に基づき、図 16 に示す単要素のモデルの剪断変形と平面ひずみ圧縮変形をシミュレートした。構成式には Asaro の式、加工硬化則には Kocks, Mecking の式を用い、材料パラメータは単結晶純鉄の引張試験と結晶塑性有限要素法解析との比較より定めた。すべり系は $\{110\}\langle 111 \rangle$ および $\{112\}\langle 111 \rangle$ の 24 系とし、単要素の結晶方位をランダムに 3000 通り選び、逐次、活動すべり系、結晶方位、加工硬化を更新しながら増分計算を行った。

図 17 に単純剪断と平面ひずみ圧縮における活動すべり系の比較を示す。縦軸は 3000 通りの異なる初期方位の結晶のうち横軸に示すすべり系が活動した結晶の割合を表している。このグラフより明らかに単純剪断変形と平面ひずみ圧縮では活動すべり系の数が異なっている。単純剪断変形では 12 のすべり系が活動した初期結晶方位の結晶が 50% ほど存在するのに対し、平面ひずみ圧縮変形では 4~10 のすべり系が活動している結晶が大多数を占め

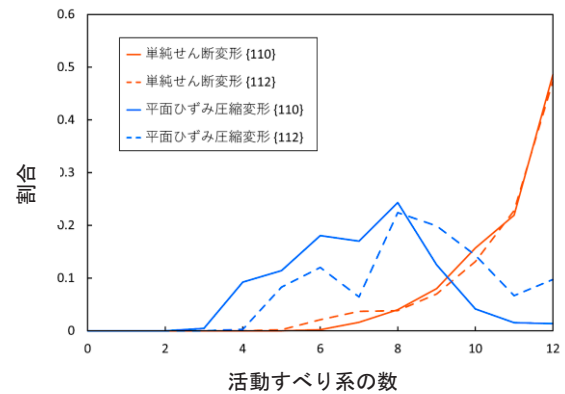


図 17 活動すべり系の数の比較

4. まとめ

- 1) 純鉄単結晶の引張試験を行い、その変形を EBSD で分析した。結晶方位により結晶内の変形様式および転位密度分布が大きく異なることを示した。
- 2) 結晶塑性有限要素法により純鉄単結晶試験片の変形をシミュレートし、KAM 値が再結晶核の発生位置に関連している可能性を示した。
- 3) 多結晶純鉄丸棒板を用いて、切削加工による剪断ひずみを加えた切屑試験片と、強圧下した圧延試験片の変形組織を比較した。切屑試験片では均一で微細なサブグレインが生成したのに対して、圧延試験片では部分的に粗大な結晶粒が残留し不均一な変形組織となった。
- 4) 両試験片を焼鈍し再結晶させたと、切屑試験片の方が予ひずみが小さいにも関わらず、圧延試験片より微細で均一な再結晶粒が生成した。
- 5) 切削による剪断ひずみが再結晶粒の微細化に有効な理由として、塑性変形域の違い、ひずみ速度・加工温度の違い、変形様式の違いが考えられる。

謝 辞

本研究には公益財団法人天田財団の研究助成により実施しました。ここに篤く感謝の意を表します。

参考文献

- [1] Zichao Luo, M. Yoshino, M. Terano, A. Yamanaka, Study of texture evolution in single crystal iron static recrystallization through in-situ EBSD observation, *Procedia Manufacturing* 15 (2018) 1565–1572
- [2] Zichao Luo , Masahiko Yoshino, Motoki Terano, Akinori Yamanaka: Prediction of static recrystallization nucleation sites in tensile deformed single crystal pure iron through a combination of in-situ EBSD and CP-FEM, *Metals* 2018, 8(10), 858. <https://doi.org/10.3390/met8100858>
- [3] Luo, Yoshino, Yamanaka, Terano: Study on the impact of crystal orientation on plastic deformation and recrystallization through CP-FEM and in-situ EBSD observation, 塑性加工連合講演会, (2018/10/27-28, 熊本大学)
- [4] Fumihisa Nagashima, Yuki Nakagawa and Masahiko Yoshino, Influence of Severe Plastic Deformation on Static Recrystallization Microstructure of Pure Iron, *Metals* 2020, 10, 1320; doi:10.3390/met10101320, *Metals* 2020, 10, www.mdpi.com/journal/metals
- [5] 吉野雅彦, 永島史悠, 中川佑貴 : 塑性変形様式が多結晶粒内の微細変形組織に及ぼす影響, 第 72 回塑性加工連合講演会, C72-79
- [6] Fumihisa Nagashima, Yuki Nakagawa and Masahiko Yoshino, Numerical Analysis of Subgrain Formation during Metal Cutting and Rolling Based on the Crystal Plasticity Theory, Special issue of “Developments in modelling and simulation of material forming, a focus on Japan, South Korea and China”, the *International Journal of Materials Forming*, (2022) 15:9, Published online: 02 February 2022, <https://doi.org/10.1007/s12289-022-01652-0>