

# 鉄の静的再結晶機構の定量的検討および結晶組織制御法の検討

東京工業大学 工学院機械系

教授 吉野 雅彦

(平成 28 年度 一般研究開発助成 AF-2016035)

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。このためにしかし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やリサイクル性などに問題が生じ易いため、単純な組成の素材の特性を向上させる技術が重要になる。このような技術として加工熱処理による結晶組織制御が知られている。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できれば、生産性、コスト、設計自由度などの点で大きな利点が得られる。しかし加工によるひずみが組織変化に及ぼす影響の原理的機構が明らかになっていないため、経験的データの蓄積に寄らざるを得ず、回帰的予測の範囲を超えることは困難である。

そこで本研究では任意の加工方法、加工条件における鉄鋼材料の組織変化を予測する手法を確立するための基礎的検討を行う。合金成分を含まない純鉄を素材とし、最も基本的な組織変化機構である静的再結晶を対象とする。結晶の変形が再結晶核発生、粒成長にどのような影響を与えるかを定量的に明らかにし、任意の加工法に適用できる組織制御のための加工熱処理技術の可能性を検討することを目的としている。

本稿では、純鉄単結晶を用いた静的再結晶過程の検討と、多結晶純鉄材料の組織制御法について述べる。

## 2. 純鉄単結晶の静的再結晶機構の検討<sup>1-3)</sup>

純鉄単結晶の丸棒 ( $\phi 6\text{mm} \times 30\text{mm}$ ) を厚さ  $0.5\text{mm}$  に切断し、次いで図 1 のような引張試験片形状にワイヤーカットで加工した。切り出し方向を変えることにより種々の結晶方位の試験片を作製した。この試験片を専用の装置

で引張試験を行った。さらに EBSD を装備した FE-SEM で結晶方位分布を分析した。このとき試験片は装置内に設置した加熱ステージに設置されており、 $600^\circ\text{C}$  で焼鈍・冷却処理を行いながら同時に SEM によるその場観察、さらに EBSD による結晶方位分析を繰り返し、再結晶・粒成長過程を経時的に観察した。

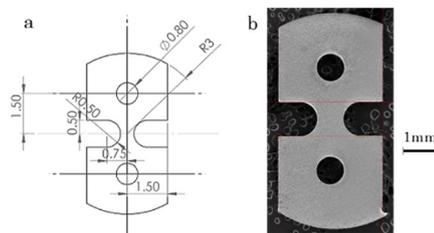


図 1 実験およびシミュレーションに用いた試験片形状

図 2 に種々の結晶方位で様々な変形量の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、この結果より変形後の転位密度は結晶方位に大きく依存すると考えられる。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いるが、このように初期結晶方位によって蓄積される転位密度が異なるということは、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  $600^\circ\text{C}$  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、順次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 3 e) と必ずしも一致していない。なお試

試験片は約 0.5 mm の厚さがあり、これは試験片ネック部の幅とほぼ同等である。すなわち真の核発生位置は観察している試験片表面とは限らず、内部から発生している可能性があり、さらなる検討が必要である。

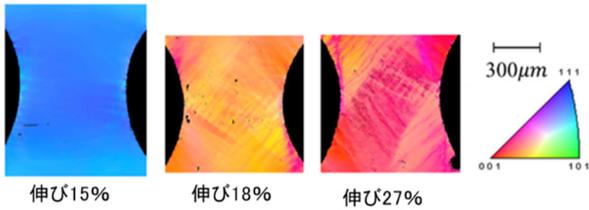


図2 引張試験をした後の試験片の IPF マップ

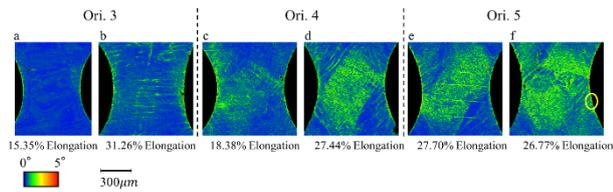


図3 引張試験をした後の試験片の KAM 値分布

Specimen 5-1 (27.70% neck elongation)

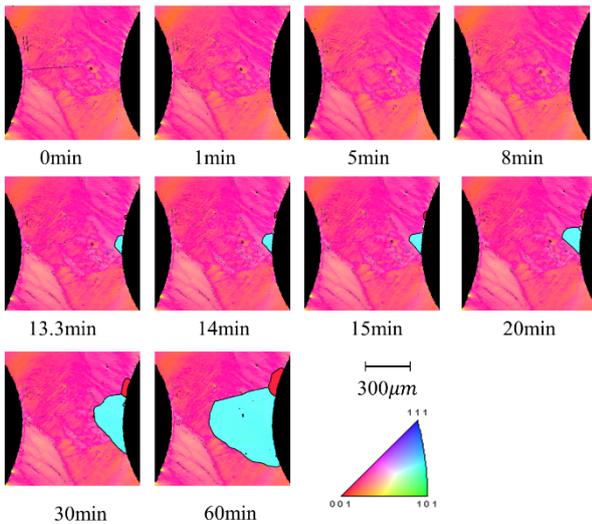


図4 熱処理による静的再結晶過程

表1 式(1)のパラメータ

Parameters	Value	Unit
$\beta$ - Pre-exponential constant	2520000	-
$Q$ - Activation energy	2.7	eV
$f$ - Fitting parameter	2076	-
$C$ - Accumulated impurity constant	157000000	J/m <sup>-4</sup>

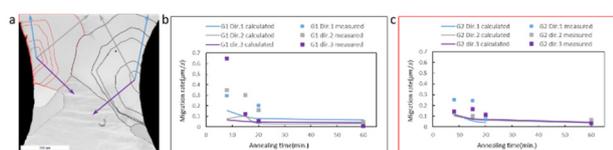


図5 再結晶粒の成長過程および粒界移動速度

EBSD 分析より得られた粒成長データから粒界の移動速度を求めた。粒界の移動速度はその粒界周辺の蓄積エネルギーおよび結晶方位差、原子のジャンプ頻度に依存することから式(1)の粒界移動速度式を提案した。実験データに合わせるよう表1のようにパラメータを定めた。図5に再結晶粒の成長過程、実測した粒界移動速度さらに式(1)で求めた移動速度を示す。傾向は一致しておりまた値もほぼ同等であることから、妥当なモデル式と考えられる。

$$v = d_b v_D \beta \left[ \exp \left\{ -\frac{Q - f\Omega(\Delta G - C \cdot D_{accu})}{K_B T} \right\} - \exp \left\{ -\frac{Q + f\Omega(\Delta G - C \cdot D_{accu})}{K_B T} \right\} \right] \quad (1)$$

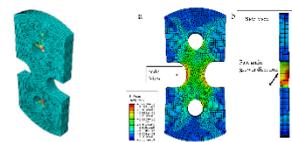


図6 有限要素法解析モデルとシミュレーション例

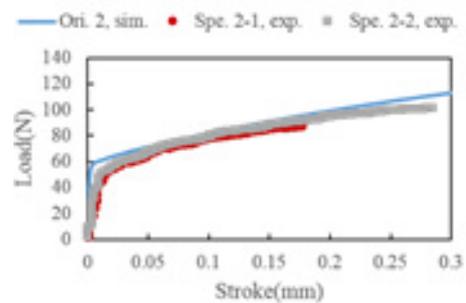


図7 パラメータ同定した変位-荷重曲線と実験値

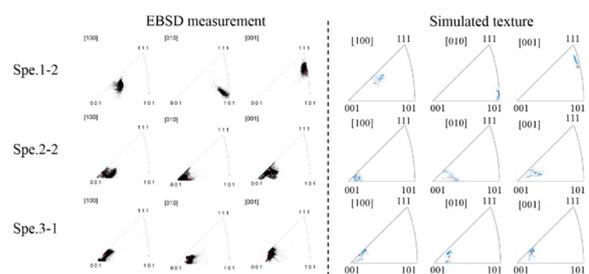


図8 逆極点図の実測値とシミュレーションの比較

一方、試験片の変形を結晶塑性有限要素法解析にてシミュレーションした。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6に解析モデルとシミュレーションした相当ひずみ分布の例を示す。結晶方位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7に解析した変

形—荷重曲線と実験値の比較の例を示す。結晶方位にもよるが全体的にはほぼ 10%程度の誤差範囲内で一致している。図 8 に変形後の試験片について EBSD 分析より得られた逆極点図とシミュレーションより得られた逆極点図を示す。変形に伴う結晶方位の変化が良くシミュレートされていることが判る。これらより結晶塑性有限要素法は信頼性のある結果を示していると考えられる。

図 9 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ると考えられる。図 4 の再結晶核の発生位置は図 9 e の高 KAM 値部分と一致しており、解析より求めた KAM 値が再結晶核発生に関与していることが推定される。

今後、結晶塑性有限要素法解析に KAM 値分布より定まる核発生位置および粒成長速度を取り入れることにより、純鉄の静的再結晶過程のシミュレーション開発が可能になると考えられる。

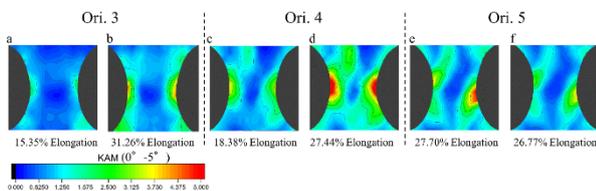


図 9 逆極点図の実測値とシミュレーションの比較

### 3. バニシ加工による組織制御<sup>4)</sup>

複雑形状を有する機械部品の表面性状および機械特性を改善するためにバニシ加工が用いられるが、バニシ加工は表面層の結晶粒に一方方向の剪断ひずみを与えるため、結晶組織制御に利用できると考えられる。そこで図 10 に示すようにフライス盤にバニシ工具を取り付け純鉄板表面にバニシ加工を行った。表 2 にバニシ加工実験条件を示す。図 11 に実験後の純鉄板のバニシ加工痕の例を示すが、この加工部から図に示すように長方形の試験片を切り出し、その断面を研磨し EBSD で分析した。また試験片を 300–600°C で熱処理し、再結晶組織の EBSD 分析も行った。

図 12 にバニシ加工後の試験片断面の IPF マップおよび KAM マップを示す。バニシ荷重は (a) 1.7N、(b) 3.2N、(c) 4.9N である。上面が表層でありバニシ加工により結晶

組織が細かい粒に変形していることが判る。また結晶粒は一方方向に流動した様子が見られバニシ加工による剪断ひずみ加わったと考えられる。また表層部に高い KAM 値分布が見られ転位が集積していると考えられる。図 13 に KAM 値分布より求めた変形層の厚さに対するバニシ荷重および加工時間の影響を示す。変形層の厚さはバニシ荷重およびバニシ加工時間とともに増大することが判る。

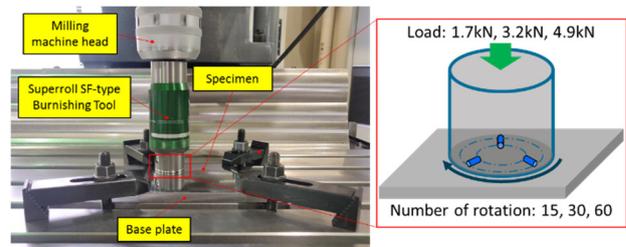


図 10 バニシ加工実験に用いたフライス盤とバニシ工具

表 2 バニシ加工実験条件

Rotation speed / rpm and direction	15, clockwise
Vertical feed speed / mm/min	50
Load / kN	1.7, 3.2, 4.9
Duration / seconds	60, 120, 240
Lubricant	Superroll oil
Rollers motion	Rolling and not rolling

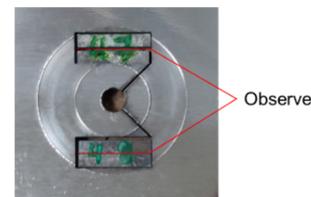


図 11 純鉄板のバニシ加工痕および切出す試験片

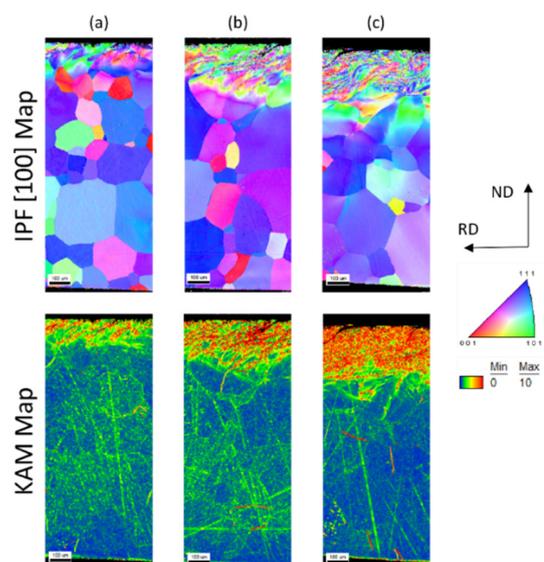


図 12 バニシ加工後の試験片断面の IPF マップおよび KAM マップ (バニシ加工時間 120 秒)

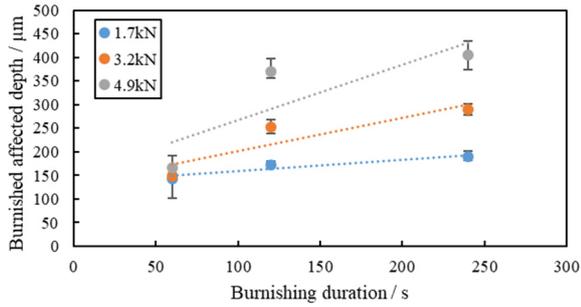


図 13 変形層の厚さに対するバニシ荷重および加工時間の影響

図 14 に熱処理後の試験片の IPF マップを示す。図より表面部の加工変質層で再結晶が起き粒成長が生じていることが判る。(c) 600°C の場合、表面部の組織は母材の組織とほぼ同等になり、加工変質層の影響はほぼ消滅したと考えられる。図 15 に焼鈍時間に対する再結晶粒の平均粒径の変化を示す。焼鈍温度が高くなるに従い平均粒径が大きくなること、また焼鈍時間の影響はそれ程顕著ではないことが判る。純鉄のバニシ加工では、焼鈍温度が重要な支配因子であると考えられる。

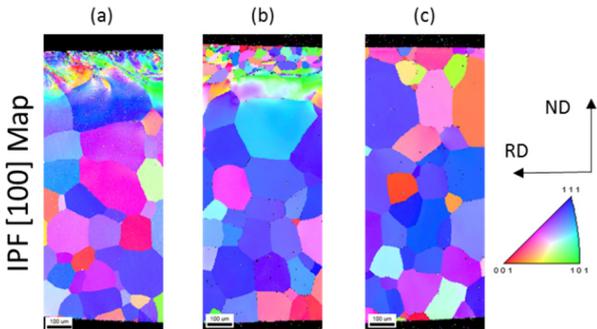


図 14 30 分間熱処理した試験片の PIF マップ (a) 400°C, (b) 500°C, (c) 600°C

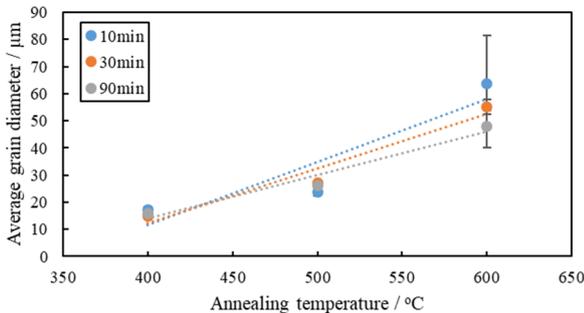


図 15 焼鈍時間に対する再結晶粒径の変化

図 16 にバニシ加工における力学的モデルを示す。本モデルに基づき加工変質層厚さ、実験結果に基づき材料の流動応力などに適当な仮定を導入することにより、加工変質層の変形エネルギー密度を次式で評価した。

$$W = \frac{n \cdot P}{2B^2 \cdot \sigma_0 \cdot R(0.9 \cdot 10^{-6}n + 37 \cdot 10^{-6})} \quad (2)$$

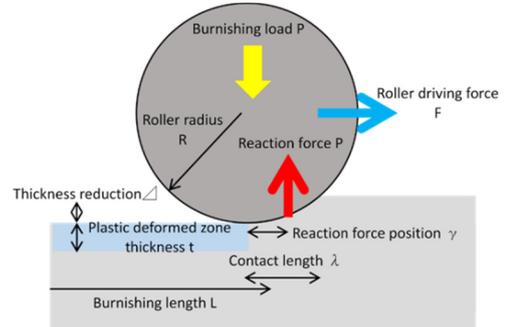


図 16 バニシ加工による変形エネルギー密度を求めるための力学的モデル

図 17 にこの変形エネルギー密度と熱処理後 (500°C 30 分) の平均再結晶粒径の関係を示す。バラつきはあるが、変形エネルギー密度が増大するに従い平均粒径が小さくなることが判る。図 18 に種々の条件でバニシ加工、熱処理した試験片の再結晶粒の平均粒径とナノインデントで測定した硬さとの関係を示す。平均粒径が小さくなるに従い硬さが増大しており、Hall-Petch 則に則っていることが判る。

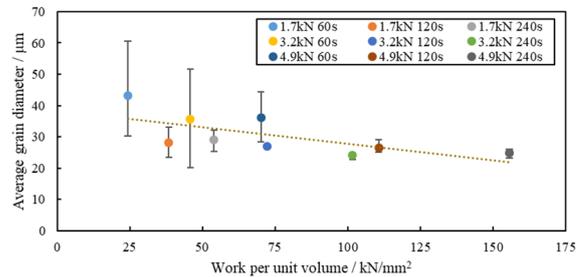


図 17 再結晶粒の平均粒径と変形エネルギー密度の関係

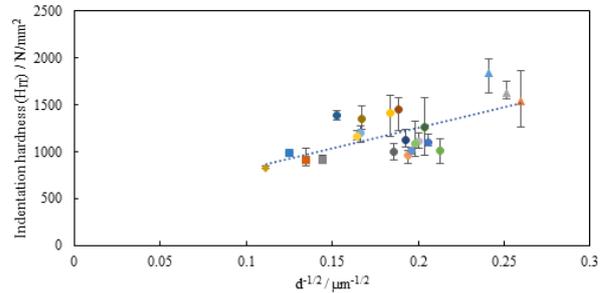


図 18 再結晶粒の平均粒径と硬さの関係

バニシ加工条件と熱処理条件が平均結晶粒径に及ぼす影響を正確に求めるには 2 章で得られた粒成長速度を取り入れた組織シミュレーションを将来的に開発する必要がある。しかし簡易的には得られた実験データおよび式 (2) の変形エネルギー密度を用いれば、加工変質層厚さの

制御および概略の再結晶粒径の制御が可能である。さらに図 18 の Hall-Petch 則によりバニシ加工面の硬さが予測できるので、任意の形状の機械部品の仕上げ加工において部分ごとにその表面の材質、機械特性を制御することが可能になる。

#### 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。同じ変形量であっても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が判った。

2) 引張変形を加えた純鉄単結晶の試験片を SEM 中で焼鈍しその場観察を行い、静的再結晶過程を EBSD により経時的に分析し、再結晶核の発生位置および粒成長速度を調べた。さらに再結晶核の成長速度のモデル式を提案した。

3) 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た。材料パラメータを調整することにより、試験片内のひずみ分布、変位荷重曲線、逆極点図の変化について良い一致が見られた。さらに解析より模擬的に求めた KAM 値の高い部分と再結晶核の発生位置が対応することが判った。

4) 純鉄板をバニシ加工したときの表層の結晶組織を EBSD により分析し、バニシ加工による加工変質層厚さに及ぼすバニシ荷重とバニシ時間の関係を明らかにした。

5) バニシ加工した純鉄板を熱処理したときの再結晶粒の平均粒径の変化に及ぼす焼鈍温度と焼鈍時間の関係を明らかにした。純鉄のバニシ加工では、焼鈍温度が重要な支配因子であると考えられる。

6) バニシ加工の力学的モデルを構築し、バニシ加工変質層の変形エネルギー密度と平均再結晶径との関係を調べた。変形エネルギー密度が高くなると平均粒径が小さくなり高度が上昇することを明らかにした。

#### 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] 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] Ryandanu, Yoshino, Terano: Effect of Burnishing and Annealing Conditions on Microstructure Change of an Iron Plate, 塑性加工連合講演会, (2018/10/27-28, 熊本大学)