

令和 2 年 7 月 3 日現在

機関番号：35302

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2017～2019

課題番号：17K14567

研究課題名(和文)せん断ひずみと熱処理による結晶方位制御法の開発

研究課題名(英文)Development of crystal orientation control method by shear strain and heat treatment

研究代表者

寺野 元規(Terano, Motoki)

岡山理科大学・工学部・講師

研究者番号：90708554

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,400,000円

研究成果の概要(和文)：本研究ではせん断ひずみと熱処理による局所的な結晶組織制御法の開発を目指し、研究を実施した。せん断ひずみは二次元切削、圧延、ローラーバニシング加工によりそれぞれ付与した。熱処理は再結晶温度以下とすることで、せん断ひずみを加えた部分のみ局所的に再結晶を誘起することができた。また、せん断ひずみ量や熱処理時間を制御することで、結晶粒径を制御することができた。つまり、せん断ひずみと熱処理により局所的な結晶粒径の制御が可能となったと言える。

研究成果の学術的意義や社会的意義

これまでの結晶組織を制御する技術は圧延と熱処理による加工熱処理法が主であり、材料全体で均一に組織制御する方法であり、局所的に組織制御することはできなかった。しかし、本研究成果により、バニシング加工を利用して素材表面のみにせん断ひずみを加え、その後、素材の再結晶温度以下で熱処理することにより、表層部のみ局所的に結晶粒径が可能となった。加えるせん断ひずみの量と熱処理時間を制御することにより、結晶粒径を制御できることから、本手法を用いることにより、部分的に結晶粒径を制御した傾斜機能材料を作ることが可能となったと言える。

研究成果の概要(英文)：The aim of this research is the development of crystallographic texture control method at local area by using shear strain and heat treatment. Shear strain was applied by orthogonal cutting, rolling or roller burnishing. Since the heat treatment was carried out at below recrystallization temperature, it was possible to locally induce recrystallization only in the portion to which shear strain was applied. And the grain size could be controlled by controlling the amount of shear strain and heat treatment time. From the above, it can be said that crystal grain size controlling method at local area became possible by using shear strain and heat treatment.

研究分野：塑性加工

キーワード：機械工作・生産工学 金属生産工学 結晶工学 精密部品加工 構造・機能材料

## 様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

金属材料の機械的・電磁気的特性は材料内の結晶組織(粒径や方位)に強く影響される。結晶組織を制御する方法として、合金化による組織制御法と加工熱処理による組織制御法がある。環境問題への対応のため、近年では、合金化による方法よりも塑性加工と熱処理を組み合わせた加工熱処理法が注目されている。加工熱処理の例として電磁鋼板や超微細粒鋼が挙げられる。電磁鋼板は結晶方位を制御することで鉄損(ヒステリシス損)を小さくしている。また、超微細化粒鋼は結晶粒径をサブ  $\mu\text{m}$  オーダーに微細化することにより、材料強度を高くすることができている。これらの材料は圧延による加工熱処理法で製造されており、板で均一に組織制御された材料である。しかしながら、均一な材料特性ではなく局部的に異なる材料特性が望まれる場合もある。例えば、モーター鉄心では、磁力線方向が円周・半径方向に平行となるため、磁化容易軸  $\langle 100 \rangle$  方位を円周・半径方向に平行にする必要があり、このような素材は開発できていない。また、結晶粒径を局部的に制御できれば、傾斜機能材料の開発が可能となる。

### 2. 研究の目的

本研究では、静的再結晶を利用した局所的な結晶組織制御法の開発を目指す。局所的に結晶粒径を制御することにより、素材の高強度化が可能となり、傾斜機能材料の製造が可能となる。また、局所的に結晶方位を制御できれば、モーター鉄心やトランスに適した素材の開発が可能となり、モーターやトランスの鉄損(ヒステリシス損)を小さくでき、高効率化につながる。局所的な結晶組織の制御には、せん断ひずみと熱処理によって誘起される静的再結晶を利用する。せん断ひずみにより材料内部に転位を導入し、その後の熱処理により、転位導入部が優先的に静的再結晶を生じる。せん断ひずみ量、熱処理温度・時間が静的再結晶粒の粒径や結晶方位に及ぼす影響を明らかにできれば、結晶組織の制御が可能となる。

### 3. 研究の方法

せん断ひずみを導入する方法として、(1)二次元切削、(2)圧延、(3)バニシング加工の3方法を用いる。せん断ひずみ導入後、再結晶温度以下で熱処理することにより、せん断ひずみが導入された部分のみに静的再結晶を誘起する。

- (1) 二次元切削では、切りくずに加わるせん断ひずみ量が加工条件(工具すくい角、切取り厚さ)と切りくず厚さから理論的に求められる。また、加工条件(工具すくい角、切込み量、切削速度)を変えることにより、加わるせん断ひずみ量を制御できる。これにより、定量的にせん断ひずみと静的再結晶組織の関係がわかる。
- (2) 圧延では、二次元切削のように均一なひずみが加わらず、素材の板厚方向に分布したせん断ひずみが導入されると考えられる。ひずみ分布がある状態で、熱処理温度・時間を制御することにより、板厚方向で異なる静的再結晶組織が得られれば、局所的な結晶組織制御が可能であることがわかる。
- (3) バニシング加工では、表層部のみにせん断ひずみを導入することが可能である。上記2方法では、素材全体にせん断ひずみがかわり、局所的にせん断ひずみを加えることは困難である。局所的にせん断ひずみを加えることができれば、局所的な結晶組織制御も容易であると考えられる。また、バニシング加工するためにCNC旋盤を用いれば、加工荷重は加工速度を制御でき、ある程度はせん断ひずみ量が制御できるはずである。

### 4. 研究成果

#### (1) 二次元切削

純度 99.99%Fe の純鉄冷間圧延板(直径 100 mm、厚さ 2 mm の円板形状)を用いる。冷間圧延で導入された予ひずみを除去するため、700  $\cdot$  60 分  $\cdot$  Ar 雰囲気ですみ取り焼鈍を行う。二次元切削では被削材はせん断面で強いせん断変形を受け、切りくずになる。切りくずが受けるせん断ひずみ  $\gamma$  は幾何学的な関係より、下式により計算できる。

$$\gamma = \cot \phi + \tan(\phi - \alpha), \quad \tan \phi = R \cos \alpha / (1 - R \sin \alpha)$$

ただし  $R = t/t_c$  である。ここで、切削比  $R$ 、切取り厚さ  $t$ 、切りくず厚さ  $t_c$ 、工具すくい角  $\alpha$ 、せん断角  $\phi$  である。切削加工条件として切取り厚さ  $t$ 、すくい角  $\alpha$  を設定する。実験結果から切屑厚さ  $t_c$  を測定すれば、切削比  $R$  が分かり、せん断角  $\phi$  が求まり、せん断ひずみ  $\gamma$  が求まる。

供試材(純鉄円板)を治具で挟み、固定することにより二次元切削を行う。周速や送り量を任意の値で切削するためにCNC旋盤(滝澤鉄工所製、TSL-360CNC)を用いる。その後、切りくずを超精密小型電気炉(フルテック製、FT-01X)により、600  $\cdot$  で熱処理を行う。熱処理は1、2、3、5、10 および 100 分とし、静的再結晶過程を時系列観察する。静的再結晶誘起前後の切りくずを樹脂埋め・研磨し、ナイタルにより腐食し、せん断変形および結晶粒径を測定する。

工具すくい角  $\alpha = 0^\circ, 25^\circ$ 、切込み量 0.005 ~ 0.05 mm/rev.、切削速度(周速) 100 ~ 400 m/min. で二次元切削を行ったせん断ひずみ算出結果を図 1 に示す。工具すくい角  $\alpha$ 、切込み量および切削速度により、せん断ひずみ量を変えることができた。図 2 に静的再結晶粒の時系列観察結果を示す。熱処理時間が長くなると、再結晶粒径は大きくなる。熱エネルギーが再結晶粒の粒成長に必要な駆動エネルギーとなったと考える。また、二次元切削によるせん断ひずみ量が大きいほど再結晶粒径は小さくなった。ひずみエネルギーが大きいと、再結晶の起点が多くなり、再結晶粒数が増えたため、再結晶粒径が小さくなったと考える。

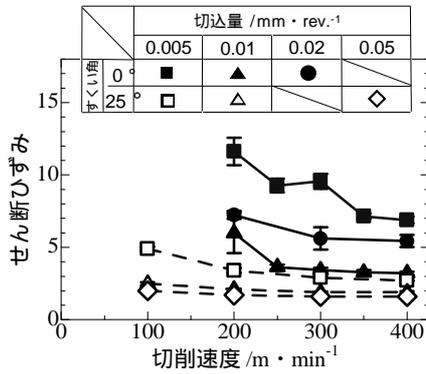


図1 せん断ひずみ算出結果

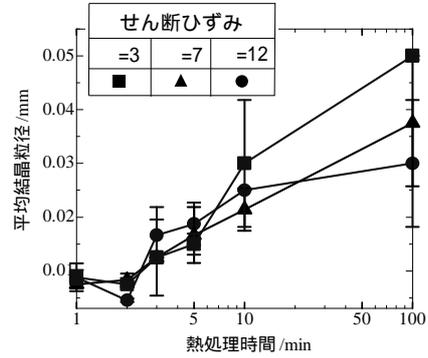


図2 静的結晶粒径 (二次元切削)

(2) 圧延

直径 100 mm の純鉄 (C<0.03mass%) 丸棒をワイヤー放電加工により厚さ 3 mm にスライスし、幅 10 mm、長さ 30 mm の矩形試験片を作製し圧延する。ロール径 27 mm、18 rpm、1 パスの圧下量 0.22 mm の圧延条件で、合計 12 パスで厚さ 0.32 mm まで圧下比 9.2 の冷間圧延を行う。Mises の降伏条件式に基づく相当ひずみは約 2.6 である。同程度の大きさの二次元切削結果 (相当ひずみは約 2.5) と比較し、ひずみ導入法が静的再結晶組織に及ぼす影響について調べる。

SEM-EBSD による結晶方位分析によると、二次元切削後は均一な変形組織であり、圧延後は層状の加工組織となっている。それぞれの試験片に対し、(a)500、(b)600、(c)700 で 5 分間熱処理した試験片の IPF マップを図 3、4 に示す。いずれの試験片でも、熱処理温度が高いほど再結晶粒が大きくなっている。特に図 4 の圧延後は (a)500 では、ほとんどの領域で加工組織が残っているが、(b)600 で熱処理すると同じ時間で全域が再結晶している。よって、熱処理温度は再結晶過程の進行速度に大きく影響していることがわかる。図 5 に熱処理温度 (a)500、(b)600、(c)700 における再結晶粒の成長速度に及ぼす加工方法の影響を示す。いずれの熱処理条件でも、二次元切削の方が圧延より再結晶粒径が小さい。二次元切削では、均一なせん断ひずみが付与されたことで、様々な場所で再結晶核がほぼ同時に多数発生し、再結晶粒の微細化が起きたと考えられる。熱処理時間に対する結晶粒径の変化を比べると、二次元切削より圧延の方が粒成長速度は大きい。圧延では層状のひずみ分布が生じたため、高ひずみの部分から再結晶核が発生し、低ひずみの部分を蚕食しながら粒成長したことにより大きな再結晶粒に成長すると考えられる。一方、二次元切削では熱処理温度が高いほど粒成長速度は小さくなっている。熱処理温度が高いほど核発生が早く起こり、短時間で再結晶粒が発生・成長し、試験片全域が一斉に再結晶組織に置き換わったためと考えられる。よって、微細かつ等方的な静的再結晶組織を得るには均一なせん断ひずみが有効であるが、強い集合組織を形成するためにはひずみ分布が有効である。

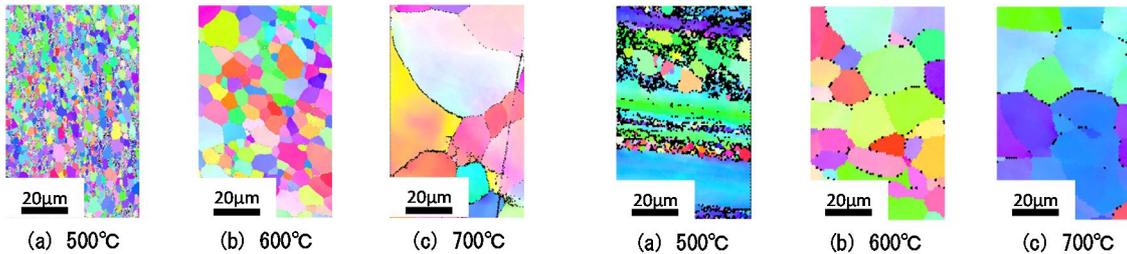


図3 5分熱処理後の IPF マップ (二次元切削)

図4 5分熱処理後の IPF マップ (圧延)

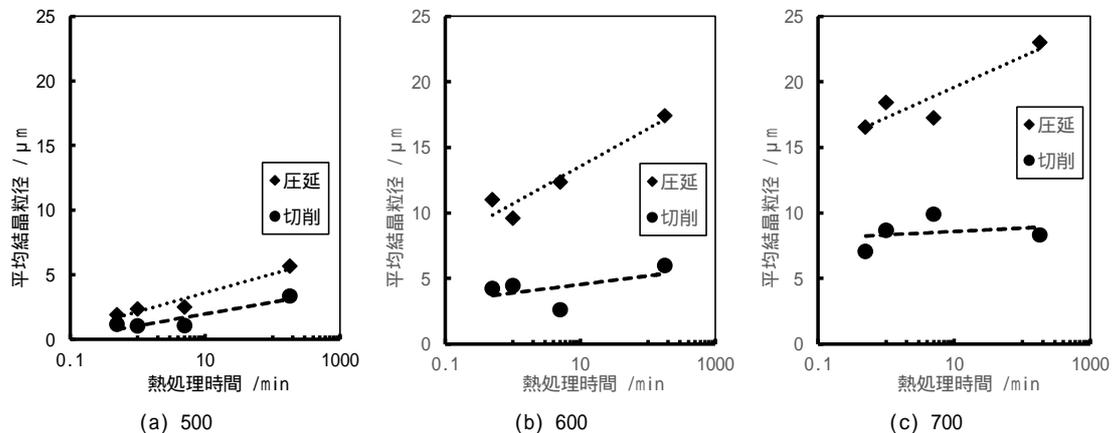


図5 加工方法の違いによる再結晶粒の粒成長速度の違い

### (3) バニシング加工

各種のバニシング加工の中でも、本研究ではローラーバニシング加工を用いる。ローラーバニシング加工では、素材全体に均一なせん断ひずみを加えることはできないが、表層のみにせん断ひずみを加えることができる。供試材料は純鉄板および炭素鋼 S25C 丸棒であり、純鉄板では、CNC フライス盤を用いて、板材表面に円周状にせん断ひずみを付与する。また、炭素鋼 S25C 丸棒では、CNC 旋盤を用いて、丸棒表面にせん断ひずみを付与する。また、SEM-EBSD による結晶方位分析により集合組織の有無や結晶方位について詳細に調べる。

図6、7にバニシング加工前後の表面残留応力 ( $\sigma_\theta$ ,  $\sigma_z$ ) 測定結果および表面粗さ測定結果を示す。バニシング加工前(外径切削後)は引張の残留応力であったものが、バニシング加工により圧縮の残留応力が付与された。バニシング加工回数が増える、もしくは、押付力が大きくなると残留応力および表面粗さは小さくなる。横断面で切断し、樹脂埋め、断面研磨後にナイトール腐食し、結晶組織を観察する。結晶組織の流動からせん断ひずみが導入された深さの測定した結果を図8に示す。加工回数を増やす、もしくは、押付力を大きくするとせん断ひずみ導入深さは深くなっており、表層部から深い領域までせん断ひずみが導入されている。以上の結果より、丸棒表面から加工硬化し、ある程度加工硬化する(残留応力が飽和し、表面粗さが幾何学的に最小になった状態になる)と、表面よりも未加工硬化部である内部で変形が起こると推察できる。これにより、加工ひずみの導入深さが深くなったと説明できる。

バニシング加工後、再結晶温度以下の 600 で熱処理を行う。図9に静的再結晶過程の時系列観察結果を示す。バニシング加工を受けていない中心部の平均結晶粒径は 0.01 mm 程度であり、熱処理による変化はない。一方、バニシング加工した表面は静的再結晶が誘起され、平均結晶粒径が変化している。熱処理時間 1~5 分の間では、中心部の平均結晶粒径より小さくなり、5 分以降は粗大化している。押付力が大きい(せん断ひずみの導入域が深い)ほど平均結晶粒径が小さい。二次元切削の結果では、せん断ひずみが大きい素材を熱処理した場合の静的再結晶粒径は小さかった。よって、バニシング加工における押付力が大きいほど、加わったせん断ひずみ量も多く、二次元切削から得られた結果を踏まえると、加工力増大に伴い、局所的にひずみエネルギーが増大し、再結晶の起点が多くなり、粒成長よりも再結晶の核生成にエネルギーが使われたため、再結晶粒径が小さくなったと考えられる。再結晶を誘起した試験片に対し、結晶方位を SEM-EBSD により測定する。集合組織は観察できず、結晶方位に規則性は見られなかった。以上より、現状の1回の熱処理では結晶方位を制御することは困難であるが、結晶粒径の制御は可能といえる。

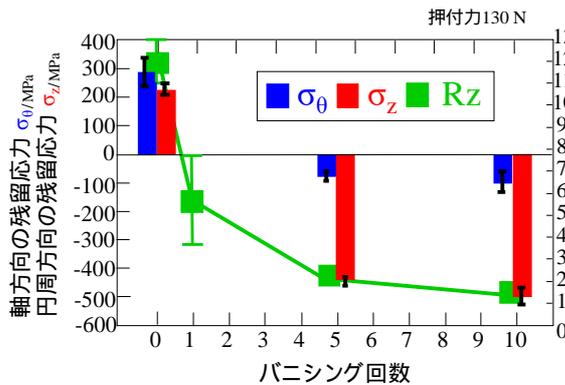


図6 残留応力とバニシング加工回数の関係

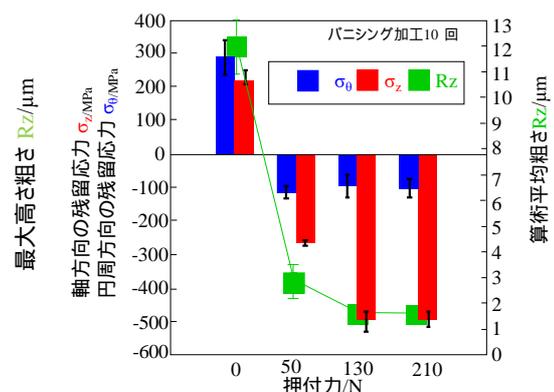


図7 残留応力と押付力の関係

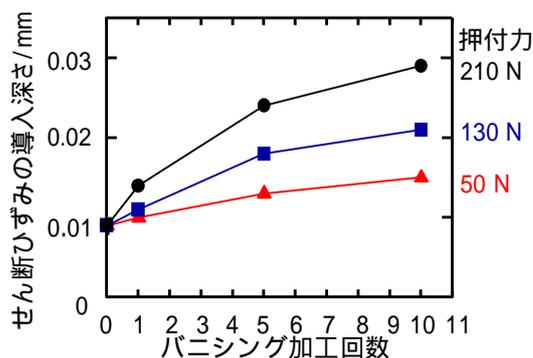


図8 せん断ひずみ導入深さ

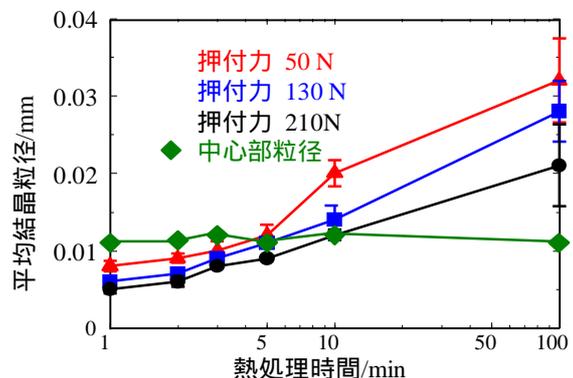


図9 表層部の平均再結晶粒径

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計1件（うち査読付論文 1件 / うち国際共著 0件 / うちオープンアクセス 1件）

1. 著者名 Nagashima Fumihisa, Yoshino Masahiko, Terano Motoki	4. 巻 15
2. 論文標題 Microstructure control of pure iron by utilizing metal cutting method	5. 発行年 2018年
3. 雑誌名 Procedia Manufacturing	6. 最初と最後の頁 1541 ~ 1548
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） <a href="https://doi.org/10.1016/j.promfg.2018.07.323">https://doi.org/10.1016/j.promfg.2018.07.323</a>	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -

〔学会発表〕 計15件（うち招待講演 2件 / うち国際学会 2件）

1. 発表者名 永島 史悠, 吉野 雅彦, 寺野 元規
2. 発表標題 純鉄の静的再結晶に及ぼす剪断ひずみの影響
3. 学会等名 第68回塑性加工連合講演会
4. 発表年 2017年

1. 発表者名 小林亮太, 今川知将, 寺野元規
2. 発表標題 静的再結晶粒に及ぼす熱処理とせん断ひずみの影響
3. 学会等名 日本塑性加工学会中国・四国支部 第18 回学生研究発表会
4. 発表年 2017年

1. 発表者名 今川知将, 小林亮太, 寺野元規
2. 発表標題 異なるせん断ひずみ下における静的再結晶の時系列観察
3. 学会等名 日本金属学会・日本鉄鋼協会 中国四国支部 第40回「若手フォーラム」
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 寺野元規
2. 発表標題 パニシング加工による局所的結晶組織制御法の開発
3. 学会等名 日本金属学会・日本鉄鋼協会 中国四国支部 第40回「若手フォーラム」(招待講演)
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 永島 史悠, 吉野 雅彦, 寺野 元規
2. 発表標題 純鉄の静的再結晶組織に及ぼすひずみ導入方法の影響
3. 学会等名 平成30年度塑性加工春季講演会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 寺野元規, 小林亮太, 今川知将
2. 発表標題 せん断ひずみが及ぼす静的再結晶粒径への影響
3. 学会等名 2018年度日本実験力学会講演会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 Ryandanu P. Wuryanjono, Masahiko Yoshino, Motoki Terano
2. 発表標題 Effect of Burnishing and Anneling Conditions on Microstructure Change of an Iron Plate
3. 学会等名 第69回塑性加工連合講演会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 永島 史悠, 吉野 雅彦, 寺野 元規
2. 発表標題 純鉄の静的再結晶組織に及ぼす加工方法と熱処理条件の影響
3. 学会等名 第69回塑性加工連合講演会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 花谷優太、福井友哉、寺野元規
2. 発表標題 パニシング加工による素材表面の組織改善
3. 学会等名 OUSフォーラム2018
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 花谷優太, 寺野元規
2. 発表標題 パニシング加工によるS25C丸棒表面の結晶組織改善
3. 学会等名 日本塑性加工学会中国・四国支部第 19 回学生研究発表会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 福井友哉、寺野元規
2. 発表標題 異なるせん断ひずみ下における静的再結晶粒径の時系列観察
3. 学会等名 日本塑性加工学会中国・四国支部第 19 回学生研究発表会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 Motoki Terano
2. 発表標題 “Metal Forming and Friction” from Mechanical Processing
3. 学会等名 Mapua Global Week 2019 (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Fumihisa Nagashima、Yuki Nakagawa、Motoki Terano、Atsushi Ito、Siro Torizuka、Masahiko Yoshino
2. 発表標題 Microstructure Control of Pure Iron by Metal Cutting Technique
3. 学会等名 The 8th International Conference of Asian Society for Precision Engineering and Nanotechnology (ASPEN 2019) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 土居雅彦、花谷優太、寺野元規
2. 発表標題 パニング加工されたS25C 丸棒表面の静的再結晶組織観察
3. 学会等名 日本塑性加工中国・四国支部第20回学生研究発表会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 尾崎冬依、寺野元規
2. 発表標題 逐次圧縮試験による純アルミニウム結晶方位変化の時系列観察
3. 学会等名 日本金属学会・日本鉄鋼協会中国四国支部第47回「若手フォーラム」
4. 発表年 2020年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

ホームページ

[http://www.mech.ous.ac.jp/mechHP/research/terano\\_lab.html](http://www.mech.ous.ac.jp/mechHP/research/terano_lab.html)

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究協力者	吉野 雅彦  (YOSHINO Masahiko)  (40201032)	東京工業大学・工学院・機械系・教授    (12608)	