多結晶金属の繰返し塑性変形の 表面あれ三次元測定システムによる観察*

清水 一郎^{*1}, 納所 孝至^{*2}, 阿部 武治^{*3}
山本 一三^{*4}, 寺井 寛明^{*4}

Three-Dimensional Microscopic Observation of Roughening of Free Surface during Cyclic Plastic Deformation of Polycrystalline Metals

Ichiro SHIMIZU, Takayoshi NOSHO, Takeji ABE,
Ichizo YAMAMOTO and Hiroaki TERAJ

Detailed observation of inhomogeneous deformation of polycrystalline metals and roughening of free surface under cyclic strain is important for basic research on the study of mechanisms of microscopic deformation, as well as on that of fatigue damage. Two-dimensional surface roughness and three-dimensional microscopic shapes of free surfaces of annealed copper and iron specimens were measured during cyclic plastic deformation with four-point bending. The relationship between the change in the three-dimensional surface shape and the behaviour of respective grains was observed with a mapping technique. It was found that the surface roughness changes with the cycle during the half-cycle of deformation, and the maximum and the minimum values of the surface roughness in a cycle increased gradually with the number of cycles. It was observed from the three-dimensional analysis that surface irregularities such as mountains and valleys caused by tensile and compressive strain are reversed in their shapes with the reversal of strain. The irregularity of surface with cyclic plastic deformation seems to be caused by preferential deformation in some specific areas or grains.

Key Words: Plasticity, Bending, Surface Roughness, Cyclic Deformation,
Three-Dimensional Surface Shape, Polycrystalline Metals

1. 緒 言

多結晶金属材料を塑性変形させると、工具等と接触していない自由表面に微小な凹凸が生じ、表面あれが発生する。この自由表面あれは、多結晶金属材料の不均質性に起因する微視的な変形量の不均一と関連している。塑性変形の進行に伴う自由表面あれの微細な変化を調べることは、多結晶金属材料の微視的な変形機構を解明するため、および精密塑性加工に伴う表面形状変化を解明するために有用であると期待される。

塑性変形に伴う自由表面あれ形状の変化に関する研究は従来から行われており^{(1)~(10)}、一方向変形においては、表面あれが負荷ひずみと平均結晶粒径にほぼ比例して増加すること、表面あれが結晶粒の異方性や介在物の存在などによる材料の不均一な変形挙動と密接に関係していることなどが報告されている。しかし、繰返し塑性変形に伴う表面あれに関する研究は極めて少なく⁽³⁾⁽¹¹⁾、その変形挙動には、微視的な表面形状が

繰返しに伴ってどのように変化するかなど、いまだ不明な点も多い。

多結晶金属材料の繰返し塑性変形では、一方向変形と比較して負荷方向が反転することから、反転後の微視的変形挙動に対して、前の変形で受けた個々の結晶粒内でのすべりや結晶学的方位の回転、およびそれに伴う加工硬化や残留応力の変化等が影響すると考えられる。繰返し塑性変形に伴う自由表面あれの微視的形狀変化を調べることによって、これらについて知見を得ることが期待される。また、繰返し塑性変形において、表面あれは局所的応力集中を生じ、き裂発生の原因となる可能性も予想されることから、疲労損傷とも関連し重要であると考えられる。

以上のような観点から、本研究では工業用純銅(面心立方金属)および純鉄(体心立方金属)を用いて、比較的簡単に繰返し塑性変形が与えられる四点曲げ試験を定ひずみ振幅下で行い⁽¹¹⁾、自由表面あれ形状の変化を調べた。また、微視的な自由表面あれ形状の三次元的測定システム⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾を応用し、結晶粒の挙動との関係について考察を試みた。

2. 実験方法

供試材は工業用純銅および純鉄⁽¹²⁾である。銅は、二

* 平成4年9月2日 材料力学部門講演会において講演、原稿受付 平成5年5月19日。

^{*1} 正員、岡山大学大学院自然科学研究科 (〒700 岡山市津島中3-1-1)。

^{*2} 正員、岡山県立大学情報工学部 (〒719-11 総社市窪木111)。

^{*3} 正員、岡山大学工学部。

^{*4} 岡山大学工学部。

次元的な表面粗さの測定, および三次元的な表面あれ形状の観察に用いた。まず, 素材から図1に示すような寸法および形状の試験片を切り出し, その表面を研磨紙とバフ仕上げによって, 中心線平均粗さ R_a が $0.03\text{ }\mu\text{m}$ 以下の鏡面とした。その後 600°C , 1時間保持の条件で真空焼なましを行って試験に供した。この材料の変形前の平均結晶粒径を, 比較法で測定した結果, 約 $35\text{ }\mu\text{m}$ であった。なお, 試験片は二次元的な表面粗さ測定用と三次元的な表面あれ形状測定用の2種類を作製した。

繰返し曲げ試験は, 980 kN 形圧縮試験機にローラ構造の四点曲げ試験用ジグ(支点間距離 75 mm , 150 mm)を取付けて行った。試験片に加えるひずみ振幅は試験片軸方向に $\pm 3\%$ とし, 試験片中央部に貼り付けたひずみゲージで測定した。

次に, 比較的粗大な結晶をもつ鉄を, 三次元的な表面あれ形状と個々の結晶粒形状との関係を調べるために用いた⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾。すなわち, 使用した鉄は結晶粒界の識別が容易であり, この目的に適している。まず, 図2に示すような寸法および形状の試験片を切り出し, 銅と同じ方法で研磨した後, 920°C , 1時間保持の条件で真空焼なましを行って試験に供した。なお, 図2の小形試験片の寸法は, 走査形電子顕微鏡の試料室に入れることを考慮して定めた。測定領域内の結晶粒界を識別するために, ナイタル液 [硝酸(60%) 1 mL + エタノール(99.5%) 35 mL] で化学腐食を施した。変形前の測定領域内の平均結晶粒径は, 求積法で測定した結果, 約 $360\text{ }\mu\text{m}$ であった。

鉄の小形試験片で四点曲げ試験を行うために, 新たに図3に示すようなジグを, 支点にベアリングを用いて作製した。図3で斜線を施した部分が試験片であり, 試験片両側をつかみ具ではさんで, 四点曲げ試験を行った。試験片に加えるひずみ振幅は, 試験片軸方向

に $\pm 2.5\%$ とし, 試験片中央部に貼り付けたひずみゲージで測定した。

表面粗さの測定は触針式表面粗さ計によりスキッドレス式で行った。銅の試験片における二元的な表面粗さについては, 試験片中央部の $10\times 10\text{ mm}^2$ の領域内を試験片軸方向および試験片横方向について, それぞれ任意に8箇所測定して平均値を求めた。なお測定は, 曲げ試験 $1/4$ サイクルごとに, 触針送り速度 0.3 mm/s , 測定長さ 8 mm , カットオフ値 0.8 mm の条件で行った。

三次元表面あれ形状は, けがき線で区別した試験片中央部の $3\times 3\text{ mm}^2$ の領域を, 銅の試験片は $20\text{ }\mu\text{m}$ 間隔で $130\sim 140$ 箇所, 鉄の試験片は $10\text{ }\mu\text{m}$ 間隔で $320\sim 340$ 箇所測定し, パーソナルコンピュータを応用した三次元表面あれ形状測定システム⁽¹¹⁾を用いて測定した。ここで作成される三次元形状構築のためのデータは, 縦横ともに一定間隔のデータ配列を有するメッシュ形である。三次元測定は, 銅の試験片については曲げ試験 $1/2$ サイクルごとに, 鉄の試験片については曲げ試験 $1/4$ サイクルごとに, 触針の送り速度 0.3 mm/s , 測定倍率 1000 倍, カットオフなし(Profile)の条件で行った。

鉄の試験片における三次元表面あれ形状については, さらに電子顕微鏡観察で得られた結晶粒界図と重ね合わせて, 結晶粒の変形挙動との対応を調べた⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾。本実験で用いた三次元表面あれ形状測定システムのブロック図⁽⁹⁾を図4に示す。

三次元微細表面形状の構築に当たっては, 表面あれ成分のみを取り出して観察する必要から, 試験片軸方向および試験片横方向に存在する曲率成分を除去した。具体的には, 板厚および中立軸の位置が変形前後で変化しないという仮定のもとに, 標点間距離および板厚から曲率半径を求めた。なお標点としては, 測定

図1 曲げ試験片(銅)

図2 小形曲げ試験片(鉄)

図3 四点曲げ試験用ジグ(鉄小形試験片用)

領域を囲むけがき線の交点を用いた。図5において、試験片の板厚を t 、表面(圧縮側)および裏面(引張側)の変形前後の標点間距離を x_i, x'_i および x_o, x'_o 、変形後の標点間の弧の長さを l'_i および l'_o 、変形後の曲率半径を r_i および r_o 、変形後のひずみを ε_i および ε_o とすると、曲率半径、ひずみおよび板厚の関係は、

$$\frac{r_i}{1+\varepsilon_i} = \frac{r_o}{1+\varepsilon_o}, \quad r_o = r_i + t \quad \dots\dots (1)$$

となる。これらを r_i, r_o について解くと

$$r_i = \frac{1+\varepsilon_i}{\varepsilon_o - \varepsilon_i} t, \quad r_o = \frac{1+\varepsilon_o}{\varepsilon_o - \varepsilon_i} t \quad \dots\dots (2)$$

ここで変形後のひずみは

$$\varepsilon_i = \frac{l'_i - x_i}{x_i}, \quad \varepsilon_o = \frac{l'_o - x_o}{x_o} \quad \dots\dots (3)$$

と表されるが、今の場合曲率半径に対して標点間距離は十分に小さいので、 $l'_i = x'_i, l'_o = x'_o$ としてよい。したがって、式(2)、(3)より、表面および裏面の曲率半径 r_i および r_o は

$$r_i = \frac{x'_i x_o}{x_i x'_o - x'_i x_o} t, \quad r_o = \frac{x_i x'_o}{x_i x'_o - x'_i x_o} t \quad \dots\dots (4)$$

図4 三次元表面あれ形状測定システム

図5 曲げ前後の試験片の寸法変化

となる。実験結果の整理に際しては、式(4)を用いて、三次元表面あれ形状の測定値に曲率の補正を施した。

3. 実験結果と考察

3.1 繰返し曲げに伴う表面粗さの変化(銅) 繰返し曲げ塑性変形に伴う(二次元的な)中心線平均粗さ R_a の変化を図6に示す。図中の各点は、各繰返し段階において、測定面のひずみゲージが+3%、0%、-3%を示したときの測定結果を示しており、図中の2種類のデータは、それぞれ試験片の表面(圧縮-引張り...)と裏面(引張り-圧縮...)についての測定結果を示している。また、図6(a)は試験片軸方向、図6(b)は試験片横方向に測定した結果である。これらの図から中心線平均粗さ R_a は、いずれの測定方向においても、繰返し曲げにおける最大引張りひずみおよび最大圧縮ひずみにおいて極大値を示し、ひずみが零(試験片表面が平面に戻る)において極小値を示すことがわかる。すなわち表面粗さは、繰返し曲げの1/2サイクルごとに増減を繰返している。このように負荷の反転によって表面粗さが増減するという傾向は、大矢根ら⁽³⁾が引張圧縮の負荷履歴における表面粗さの変化を調べた際の測

(a) 試験片軸方向

(b) 試験片横方向

図6 繰返しサイクル数と表面粗さ R_a の関係
(銅, Cut-off=0.8 mm)

図 7 繰返し曲げに伴う三次元表面あられ形状の変化(銅, 矢印は負荷方向)

定結果とも一致している。なお、これらの図において各1/4サイクル間は直線で結んでいるが、この点については前報⁽¹¹⁾において直線関係にあることを確認している。また R_a は、試験片軸方向および横方向ともほぼ同程度の値を示しており、ここで発生している表面あれは、特に異方性を示すものではないと考えられる。また、表面粗さ R_a の極大値と極小値は繰返し数に伴い徐々に増加しており⁽¹¹⁾、繰返し曲げ塑性変形に伴って累積される表面あれが存在することを示している。なお、最大高さ R_{max} についても、図6とほぼ同様の結果が得られた。

3・2 三次元表面あれ形状の変化

3・2・1 銅の場合 最大圧縮ひずみおよび最大引張ひずみにおける三次元表面あれ形状を図7に示す。なお負荷方向は、測定面のひずみゲージが±3%を示したときに反転させた。図中に測定面のひずみ履歴を示しており、三次元形状図(a)～(f)はひずみ履歴の(a)～(f)にそれぞれ対応している。また、表面あれ形状の高さについては、各図において最大値と最小値の間を八等分して等高線で示している。

図7から、繰返し塑性変形において大きなあれ変形を示す領域が部分的に限られていることがわかる〔例えば、(a)で黒く表示されている部分は(b)では白くなり、(c)では再び黒く、(d)では再び白くなる〕。つまり、最大圧縮ひずみにおいて凸となった部分は、最大引張ひずみにおいては凹となっており、この様子は、これに続く繰返しにおいてもそれほど変化しない。この結果から、繰返し曲げに伴う自由表面あれ形状は、全表面がランダムに凹凸を繰返すのではなく、特定の部分が優先的に変形して凹凸を繰返すことがわかる。

この点をさらに検討するために、各繰返し段階における三次元表面あれ形状の重ね合わせを行った。その結果を図8に示す。図8(a)は図7(a)と(b)を重ね合わせた形状、図8(b)は図7(d)と(e)を重ね合わせた形状である。なお重ね合わせに際しては、測定領域上の同じ点同士が重なり合うように、試験片の変形に応じて補正を行っている。負荷ひずみの反転に伴って表面あれ形状が完全に反転していれば、重ね合わせた形状は全体が平面になる。しかし、図8(a)では明らかに凸の部分と凹の部分が存在している。すなわち、負荷ひずみが反転しても表面あれ形状は完全に反転していない。また図8(b)では、その凹凸が図8(a)よりもさらに大きくなっている。この結果は、前報⁽¹¹⁾や図6における、繰返しの増加に伴って表面あれが累積する結果に対応している。

これらの結果から、繰返し塑性変形に伴う表面あれは、次のような3種類の変形形態に分類される。一つは、図7(a)、(b)において凸および凹の部分が重ね合わされて平面になる場合であり、この場合凹凸は、ほぼ完全に反転している。すなわち最も変形しやすい部分であると考えられる。次に、図7(a)あるいは図7(b)において凸(凹)の部分が、図8(a)においても凸(凹)のままである場合で、これは凹凸が完全に反転する場合よりは変形しにくい部分であると考えられる。最後に、図7(a)、(b)において平面で、かつ図8(a)においても平面である場合で、これは最も変形しにくい部分であると考えられる。

3・2・2 鉄の場合 三次元測定データから数値計算によって中心面からの平均粗さ R_{as} ⁽¹⁰⁾ を求めた。その繰返し数に伴う変化を図9に示す。ここに R_{as} は、

図8 三次元表面あれ形状の重ね合わせ(銅)

図 9 繰返しサイクル数と三次元的な表面粗さ R_{a3} の関係(鉄)

二次元的な中心線平均粗さ R_a に対応すると考えられる。なお負荷の反転は、測定面のひずみゲージが $\pm 2.5\%$ を示したときに行った。この図から、鉄の三次元測定結果についても、図 6 で示した銅の二次元表面粗さの測定結果と同様の傾向を示していることがわかる。すなわち、 R_{a3} は繰返しの 1/2 サイクルで増減を繰返しており、また、 R_{a3} の極大値と極小値は繰返しに伴って徐々に増加している。

三次元表面あれ形状と結晶粒界を重ね合わせた図を図 10 に示す。表面あれの高さは、 $-7.1 \sim 10.2 \mu\text{m}$ の間を八等分して等高線で表示している。表面あれの凹

図 10 繰返し曲げに伴う三次元表面あれ形状の変化と結晶粒形状(鉄、矢印は負荷方向)

凸形状は繰返しの1サイクル中において、最初の1/4サイクルで大きい凹凸、1/2サイクル(ひずみが零)のときはほぼ平面、3/4サイクルで再び大きい凹凸、1サイクルにおいて平面になり、銅における結果(図7)の傾向と一致している。これらの凹凸の周期は、約2~3結晶粒程度で形成されており、結晶粒形状と等高線区分の形状との間に比較的良好な対応関係が見られる。さらに詳細に観察すると、特定の結晶粒について凹凸が反転していることがわかる。すなわち、圧縮時に山となって突き出た結晶粒が、引張時には逆に落ち込んで谷となっている。この結果は、個々の結晶粒の変形抵抗の相違によるものと考えられ、変形抵抗が大きい部分よりも変形抵抗が小さい部分が優先的に変形することを示している。また図10(b), (d), (f)から、ひずみが零のときの表面あれの凹凸は、銅の場合と同様、繰返し数の増加に伴って徐々に増加している。図9の結果とも考え合わせると、繰返しに伴って徐々に累積される表面あれの具体的な挙動を知ることができる。

3.3 相互相関による形状反転度の評価 負荷ひずみの反転に伴う表面あれ形状の反転の度合を定量的に評価するために、正規化された相互相関 R_c を導入してみる⁽¹³⁾。相互相関 R_c の値は次のように求められる。

$$R_c = \frac{\sum_i \sum_j f(i, j)g(i, j)}{\sqrt{\sum_i \sum_j f^2(i, j)} \sqrt{\sum_i \sum_j g^2(i, j)}} \quad (5)$$

ここに $f(i, j)$, $g(i, j)$ は二つの三次元メッシュデータであり、

$$f(i, j) = c \cdot g(i, j) \quad \text{のとき} \quad R_c = 1$$

$$f(i, j) = -c \cdot g(i, j) \quad \text{のとき} \quad R_c = -1$$

となる(c は定数)。なお、一般に $-1 \leq R_c \leq 1$ である。すなわち、二つの三次元表面あれ形状について、平面上における凹凸の分布が完全に一致して、その高さが定数倍であれば $R_c = 1$ となり、逆に相対的な高さが反転(凹凸が反転)していれば $R_c = -1$ となる(反転後の高さが逆符号の定数倍でもよい)。

各繰返し段階での反転前と反転後の二つの三次元表面あれ形状について、式(5)の相互相関 R_c を求めた結果を図11に示す。ここでは銅および鉄のそれぞれについて求めた R_c の値をまとめて示している。 R_c はいずれの材料においても、最初の1サイクルでは-0.8程度であり、かなり正確に凹凸が反転しているが、繰返し数の増加に伴ってその絶対値はほぼ比例的に減少し、3サイクルで-0.5程度となり、反転の度合は低くなっている。これは、繰返しの初期においてかなり

図11 三次元表面あれ形状の負荷反転に伴う相互相関値(形状反転度)の変化

正確に反転した凹凸が、繰返しに伴って徐々に反転しなくなる結果(図8, 10)を、より定量的に示していると考えられる。これらのことから、繰返しの初期には表面あれ形状はほぼ反転するが、繰返し数の増加に伴って、表面あれ形状の反転の度合は低下することが結論される。なお、応力の繰返しに対して変形が完全に反転、すなわち回復するのであれば、金属の疲労は進行しないと考えられる。また、疲労の進行には、材料の表面が重要な役割を果たすことが知られている。したがって、本実験結果のように、表面の変形が完全には反転しないことは、塑性疲労における損傷の進展とも関連すると考えられる。例えば、このような繰返し塑性変形に伴う表面あれの変化によって、局所的な応力集中を招き、疲労破壊における初期き裂の発生に発展する可能性があると考えられる。しかしながら、これらの点については、さらに詳細な実験的検討が必要であり、今後の課題であると思われる。

また、図11において、鉄よりも銅のほうが R_c の値が小さい理由として、銅に与えたひずみ振幅が鉄よりも大きいことが考えられるが、この点についても今後の検討が必要である。

4. 結 言

繰返し塑性変形を受ける材料の表面微細形状変化を明らかにするために、工業用純銅および純鉄を用いて繰返し四点曲げ試験を行い、その表面あれ形状を二次元的および三次元的に測定した。また三次元表面あれ形状と結晶粒界図とを重ね合わせ、微視的な表面あれ

形状の変化と結晶粒との関係について調べた。さらに正規化された相互相関を導入し、負荷ひずみの反転に伴う表面あれ形状の反転度の定量的評価を試みた。これらの結果、次の点が明らかになった。

(1) 表面粗さは、測定方向によらず、繰返し変形の1/2サイクルで増減の一周期を形成する。

(2) 繰返し塑性変形により変化する表面粗さの極大値と極小値は、繰返し数に伴って徐々に増加する。すなわち表面あれは、繰返しに伴って次第に累積されていく。

(3) 結晶粒との関係で見ると、繰返し塑性変形に伴う自由表面あれは、変形に対して弱い特定の結晶粒を中心にして、優先的に変形し、凹凸を繰返すと推定される。

(4) 微視的な表面あれ形状の凹凸は、繰返し初期においてはかなり正確に反転する。しかし、繰返し数に伴って反転の度合は徐々に低下する。

終わりに、本研究に岡山工学会平成2年度奨励研究助成金を受けたことを記し、謝意を表する。

文 献

- (1) 小坂田・大矢根, 機論, 36-286(1970), 1017.
- (2) 福田・山口・高倉・坂野, 塑性と加工, 15-167(1974), 994.
- (3) 大矢根, 塑性と加工, 18-193(1977), 144.
- (4) 阿部・長岐・前田・岡部, 機論, 51-468, A(1985), 2036.
- (5) Thomas, T. R.編, *Rough Surfaces*, (1982), Longman.
- (6) 小豆島・宮川, 塑性と加工, 27-310(1986), 1261.
- (7) Abe, T., Nagaki, S. and Nishiyama, T., *Mechanical Behaviour of Materials-V*, (1987), 325, Pergamon.
- (8) 山口・高倉, 第126回塑性加工シンポジウム, (1989), 11, 日本塑性加工学会.
- (9) 阿部・清水・西山, 機論, 57-542, A(1991), 309.
- (10) 清水・阿部, 機論, 59-558, A(1993), 89.
- (11) Noshio, T., Abe, T., Nishie, T. and Mizoue, S., *Residual Stresses-III (Proc. of ICRS 3)*, ed. Fujiwara, H. et al, (1992), 1186, Elsevier.
- (12) 長岐・阿部・太田・井口, 機論, 57-536, A(1991), 291.
- (13) 手塚・北橋・小川, デジタル画像処理工学, (1985), 109, 日刊工業.