

極細ピアノ線の高強度化に有効な メゾスケール構造とマイクロ組織

権 藤 詩 織*

1. はじめに

軽量かつ高強度な材料の創製は、環境に対する負荷を少しでも低減し、持続可能な社会の構築において重要な技術である。特に鉄鋼材料の高強度化は目まぐるしい進化を遂げている。自動車用鋼板を例に挙げると、1970年代の440 MPa級鋼板の適用から始まり⁽¹⁾、最近では1500 MPa級の鋼板が実用されている⁽²⁾。一方で、鉄の理論強度は11000 MPaと言われており⁽³⁾、これに最も近い鉄鋼材料が5000 MPa近くの強度があるピアノ線である⁽⁴⁾。JIS G 3502によると、炭素量0.6%から1.0%の高炭素鋼に対応する線材がピアノ線材とされており、ピアノ線やオイルテンパー線、PC鋼線・撚線、ワイヤロープなどの素材となる⁽⁵⁾。これをさらにパテンティングと称される熱処理と、伸線加工と称される、テーパー状の孔に通して縮径させ、長手方向に引き延ばす加工を施した材料がピアノ線である⁽⁶⁾。名の通りピアノ弦から、自動車タイヤの補強材であるスチールコード、シリコンインゴットのスライスに用いられるソーワイヤなど、その用途は多岐にわたる。ピアノ線に繰り返し伸線加工を施し、細径化させると、著しい加工硬化現象が見られ、高強度化を実現できる。ラボスケールでは7000 MPaにも及ぶ⁽⁷⁾。一方で、強度増加に伴い著しい延性の低下が生じる。延性の低下はさらなる変形、つまり伸線加工を難しくするため、高強度化と高延性を同時に実現する伸線加工法の確立が求められ、高延性に寄与するマイクロ組織の解明が重要である。

著者はこの解明に取り組むにあたり、次の3つの課題に直面した。1つ目は、高強度化には細径化が前提であるが、

線径が数 μm から数十 μm のピアノ線(以下、極細ピアノ線と称す)においては、伸線加工中の微小な張力・速度変化が破断の原因となるため、伸線時の高度な張力・速度制御が必要である。2つ目は、その細さゆえ、取り扱いが難しいため、極細ピアノ線の延性の評価も難しく、延性評価法の確立が必要である。3つ目は、現行実用材料の主流として流通している約 $\phi 0.2\text{ mm}$ 以上のピアノ線と比較して、極細ピアノ線の伸線時に形成されるひずみ勾配が減少すると考えられ⁽⁸⁾、極細ピアノ線のマイクロ組織や機械的性質はこれまでに報告されている知見と異なる傾向を有する可能性がある。さらに、原子レベルの局所的な情報であるマイクロ組織と、線全体で評価した平均的な情報である機械的性質を結びつけた理解が求められる。本稿ではこれら課題への取り組みについて、成果の一部を紹介する。

2. 極細ピアノ線の伸線加工

ノンスリップ型伸線機⁽⁹⁾の導入により1つ目の課題を解決した。伸線加工時、図1(a)に示すように、ワイヤには伸線方向に引抜力 F_t 、反対方向に後方張力 F_b とダイスからの反力であるダイス抗力 F_d がはたらく。簡易的に $F_{in} = F_{bn} + F_{dn}$ (n はパス数)で表される関係が成り立つ。引抜力は、次段の後方張力としてワイヤに作用するため、連続的に伸線加工を施そうとすると、後段側にて高い張力($F_{in} = F_{b1} + \sum_{i=1}^n F_{di}$)がワイヤにかかり、場合によっては破断に至る。実操業にて一般に使用されているスリップ型伸線機では、キャプスタンと呼ばれる回転体を、その周速がワイヤの速度より速くなるように、ワイヤに接触させて回転させる(図1(b))。キ

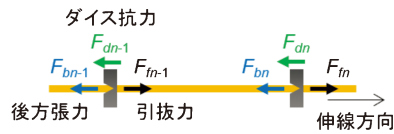
* 国立研究開発法人産業技術総合研究所；研究員(〒305-8564 つくば市並木1-2-1)

Mesoscale Structure and Microstructure of Fine Piano Wire for High Strengthening; Shiori Gondo(National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST), Tsukuba)

Keywords: wire drawing, high carbon steel wire, crystal orientation, fiber texture, EBSD (electron backscatter diffraction), microstructure, mechanical properties, ductility

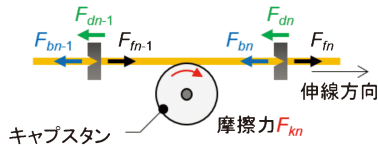
2021年3月10日受理[doi:10.2320/materia.60.567]

(a) 連続伸線の基本形



$$F_{fn} = F_{bn} + F_{dn} = F_{b1} + \sum_{i=1}^n F_{di}$$

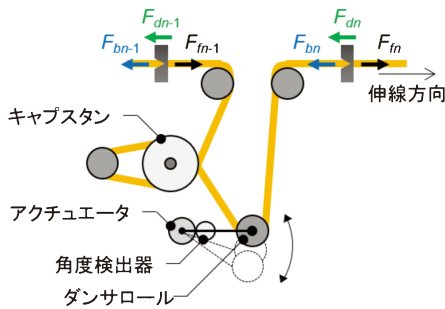
(b) スリップ型伸線機



$$F_{fn} = F_{bn} + F_{dn} - F_{kn} = F_{b1} + \sum_{i=1}^n F_{di} - \sum_{i=1}^n F_{ki}$$

ダイス
キャプスタン

(c) ノンスリップ型伸線機



$$F_{fn} = F_{bn} + F_{dn}$$



図1 各伸線加工形態の特徴：(a) 連続伸線の基本形，(b) スリップ型伸線機，(c) ノンスリップ型伸線機。

キャプスタンとワイヤとの間に摩擦力 F_k が発生し、ワイヤにかかる張力を低減できる ($F_{fn} = F_{b1} + \sum_{i=1}^n F_{di} - \sum_{i=1}^n F_{ki}$)。しかしながら、制御することはできない。また、キャプスタンは複数パスで一体構造であるため、各パス独立の回転速度でキャプスタンを駆動することができない。張力や速度の制御性が低く、何かの拍子に瞬間的に高い張力がワイヤにかかるのと破断に至るため、細径化を狙った伸線加工には難しさがあった。一方、図1(c)に示す極細ワイヤ用のノンスリップ型伸線機では、各キャプスタンを独立のモータで駆動する仕組みが採用されている。アクチュエータでダンサロールにかかるトルクを制御しながら、角度センサで伸線中のダンサロールの角度を検出し、設定した張力、速度となるように、アクチュエータとモータにフィードバックしている。このような構造により、ワイヤに作用する張力は前段の張力の影響を受けず、 $F_{fn} = F_{bn} + F_{dn}$ との関係が成り立つ。スリップ型伸線機と比較して、一度にどの程度縮径させるかの指標である減面率や、後方張力、伸線速度などの伸線加工条件の制御性が格段に向上し、極細ワイヤをより高速で安定的に伸線できるようになった。

本研究では、ノンスリップ型伸線機の出力範囲で伸線加工が可能、かつ、ピアノ線の実用材料の中でも特に細いソーワイヤの素材として一般的な太さ ($\phi 0.5$ mm 程度) のピアノ線と、これより細い、太いピアノ線として、伸線前の熱処理径が 0.276 , 0.444 , 0.936 mm のピアノ線を扱うことにした。これらをそれぞれ 0.021 , 0.029 , 0.093 mm まで、ノンスリップ型伸線機を用いて伸線した。ここで、伸線前の熱処理径を d_0 、 n パス後の線径を d_n とすると、伸線加工により導入されたひずみ ε は $2 \ln d_0/d_n$ と算出される。伸線加工によってど

の程度縮径したかを表す値であり、この値を横軸としたグラフがよく作成される。上記伸線材最終径での伸線加工ひずみは、それぞれ 5.12 , 5.42 , 4.61 となる。いずれの熱処理径のピアノ線においても、伸線加工時の各パスの減面率 $R_e (= 1 - d_n^2/d_{n-1}^2)$ は約 14% 、後方張力(応力)は引張強さの 5% 未満とした。線径によらず、後方張力の負荷は伸線加工時のダイス面圧を減少させ、応力状態を変化させる効果があり、後述する集合組織の形成を制御しうる重大なパラメータであると考えた。したがって、熱処理径 0.444 mm のピアノ線においては、後方張力として引張強さの 30% 、 50% の応力を負荷した条件においても伸線加工をおこなった。

3. 延性評価方法の確立

2つ目の課題には、一般的な引張試験方法、絞り測定方法、捻回試験方法に対し、極細ワイヤの特徴を考慮した工夫を凝らすことで、極細ワイヤの延性評価法を確立し⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾、対応した。引張試験では繊維用のつかみ具を採用した。クロスヘッドの移動量を変位とみなしても、非接触伸び計にも劣らない精度で伸びを算出できることを明らかにした⁽¹⁰⁾。破面を突合せた状態での極細ワイヤの絞り測定は困難であるため、破面一方のみのSEM (Scanning electron microscope, 走査型電子顕微鏡) 観察から絞りを算出する方法を考案した⁽¹⁰⁾。

上記方法にて極細ピアノ線の機械的性質を評価すると、伸線加工に伴い引張強さは増加し、絞りは伸線加工ひずみ 1.5 まで増加、その後減少するとの結果を得た。これらは $\phi 0.2$ mm 以上で報告されている従来知見と同様な傾向となった。

一方、一様伸びは伸線初期に急激に減少するが、その後徐々に減少したのち、高ひずみ域で増加するとの新しい傾向が得られた。これは、3つめの課題として挙げた極細ピアノ線特有の機械的性質に該当する。いずれの熱処理径においても伸線前のラメラ間隔に大きな差は見られなかったため、引張強さの差は非常に小さかった。しかしながら、ひずみ全域にて、熱処理径が大きいほど、一様伸びは高い値を示し、絞りは小さい値を示した。また、後方張力を負荷するほど、ひずみ1.5以上での絞りの減少が著しいと明らかにした。

4. 高延性に寄与するマイクロ組織

機械的性質と同様に極細ピアノ線のマイクロ組織を評価し、3つ目の課題に対応した。また、集合組織で特徴づけられる層構造“メゾスケール構造”の考え方を導入し、局所的な情報(マイクロ組織)と平均的な情報(機械的性質)の結び付けを試みることで、高延性に寄与するマイクロ組織の解明に取り組んだ⁽¹²⁾⁽¹³⁾。

(1) 極細ピアノ線のマイクロ組織

ピアノ線は軟質のフェライト相と硬質のセメンタイト相の層状組織であるパーライトラメラ組織を有する。前述したパテンティング処理により、ラメラの間隔は70 nm程度となる⁽⁷⁾。コロニーと呼ばれるある程度の固まりごとに、ラメラは様々な方向を向く。この状態から伸線加工を施すと、**図2**に示した概略図のように、ラメラ間隔は線径に比例して減少し⁽¹⁴⁾、ラメラは伸線方向に揃う⁽¹⁵⁾⁽¹⁶⁾。さらにフェライト相内では、格子欠陥(転位, 空孔)量の増加⁽¹⁷⁾、炭素量の増加⁽¹⁸⁾⁻⁽²¹⁾、が生じ、セメンタイト相内では、セメンタイトの分断⁽²²⁾、剛体回転⁽²³⁾、分解や、アモルファス化⁽²⁴⁾が生じると報告されている。

本研究では、熱処理径0.444 mmの伸線材を対象に、TEM(Transmission electron microscope, 透過型電子顕微鏡)観察と電気抵抗率の測定、DSC(Differential scanning calorimetry, 示差走査熱量測定)をおこなった。TEM明視

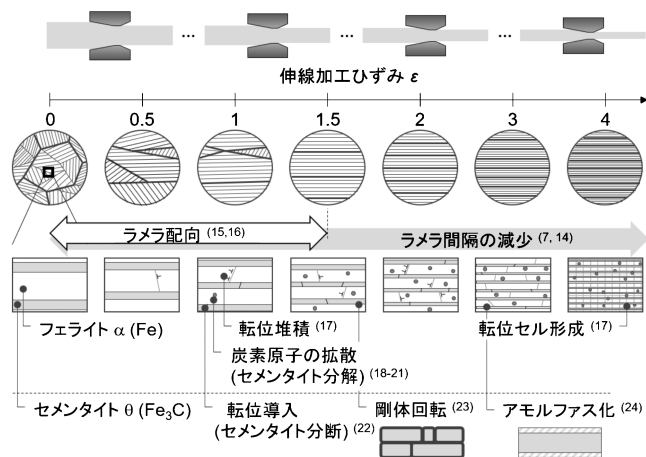


図2 ピアノ線の伸線加工にともなうマイクロ組織の変化に関する報告事例⁽⁷⁾⁽¹⁴⁾⁻⁽²⁴⁾。

野像からラメラ間隔を測定した。電気抵抗率の測定ではラメラの傾きと格子欠陥量を、DSCでは格子欠陥量とセメンタイト分解量を間接的に評価した。伸線加工に伴いラメラ間隔が減少、格子欠陥量が増加すると示唆する結果を得た。また、ひずみ1.5までにラメラが伸線方向と平行になる傾向、ひずみ1.5以上にてセメンタイト分解量が増加する傾向が得られた。図2に示した伸線加工に伴うマイクロ組織の変化は、 $\phi 0.2$ mm以上のピアノ線を分析対象とした研究において報告された知見であるが、最終径が0.06 mm程度であれば、従来知見と同様な組織変化をたどると明らかにした。また、伸線時の後方張力の増加に伴い、単位質量当たりの格子欠陥量、セメンタイト分解量がある値に達するまでに必要なひずみ量が減少する傾向が得られた。これは、前述した伸線加工中の応力状態の違いに起因するものと考えられ、他線径においても上記の後方張力による効果は発現すると推測される。

(2) 集合組織で特徴づけるメゾスケール構造

図2および本研究で得られたマイクロ組織の情報はいずれも、数 nm から原子レベルの微視的な変化である。一方、結晶方位を単位結晶格子の向きと捉えると原子レベルのマイクロ組織要素であるが、同じ方向に向いた結晶格子の集合体である集合組織の向きと捉えれば、そのスケールは μm に及ぶ。ゆえに、集合組織を局所的な情報と平均的な情報を結びつける中間スケールの組織要素として扱うことができると考えた。

ピアノ線に伸線加工を施すと、フェライト結晶格子の $\langle 110 \rangle$ が伸線方向と平行となる $\langle 110 \rangle$ 繊維集合組織が形成されると古くより知られている⁽²⁵⁾。また、最終径が4 mm程度の鋼線では、外側に $\{100\}$ から $\{111\}$ が半径方向に垂直な $\langle 110 \rangle$ 集合組織、内側に $\{110\}$ が半径方向に垂直な $\langle 110 \rangle$ 集合組織が形成されると報告されている⁽²⁶⁾。伸線材内部において、半径方向の距離に応じて形成される集合組織が異なり、層構造が形成されている可能性があった。しかしながら、既往の報告された結果では伸線加工ひずみや分析領域が限定的であり、半径方向における集合組織分布と、伸線加工に伴う推移は体系的に理解されていなかった。

本研究ではEBSD(Electron backscatter diffraction, 後方散乱回折)による伸線材の結晶方位解析をおこない、伸線加工に伴う半径方向における集合組織分布の推移を明らかにし、層構造の特定を試みた⁽²⁷⁾。極細ピアノ線の中心を通る長手断面に非常に近い面がEBSDの分析面となるように、手で研磨を施した⁽²⁸⁾。その後、研磨面半径方向全域にて菊池パターンを取得したのち、中心側から表層にかけて、いくつかの領域に分割してフェライト相の極点図を取得した。なお、先に述べたセメンタイト相の存在形態を考慮し、セメンタイト相の結晶方位は考えず、フェライト相のみ着目した。分割領域での極点図の一例を**図3**に示す。 $\{110\}$ 極点図には、 $\langle 110 \rangle$ が伸線方向に平行であると示すピーク(図中のaに該当)が出現した。 $\{111\}$ 極点図では、表層側と中心側ではそれぞれ図中の記号bとcで示すように、異なる位置にピークが表れた。外側では $\{100\}$ が観察面に垂直であると示

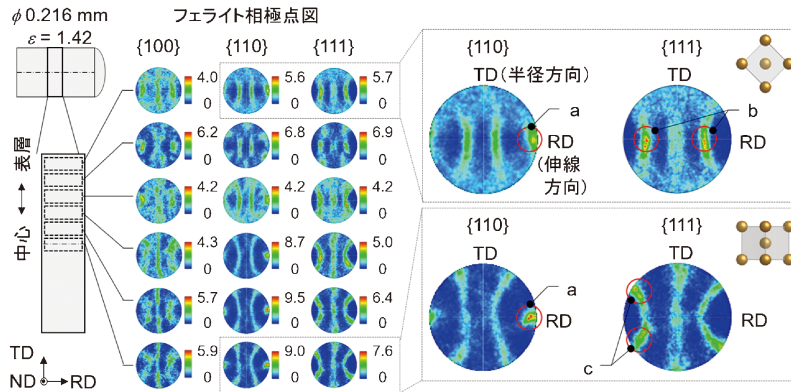


図3 極細ピアノ線(φ0.216 mm, 伸線加工ひずみ1.42)の長手断面で取得したフェライト相の{100}, {110}, {111}極点図の一例⁽¹²⁾.

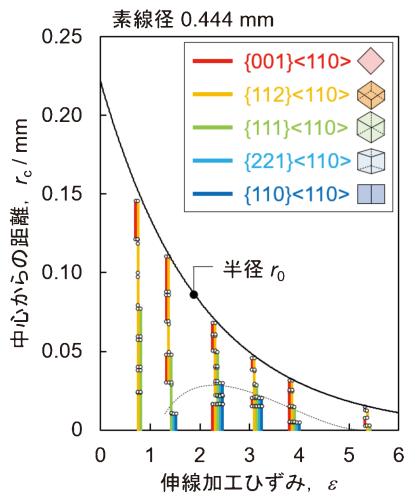


図4 伸線加工ひずみの増加に伴う伸線材半径方向における集合組織の分布の推移⁽¹²⁾.

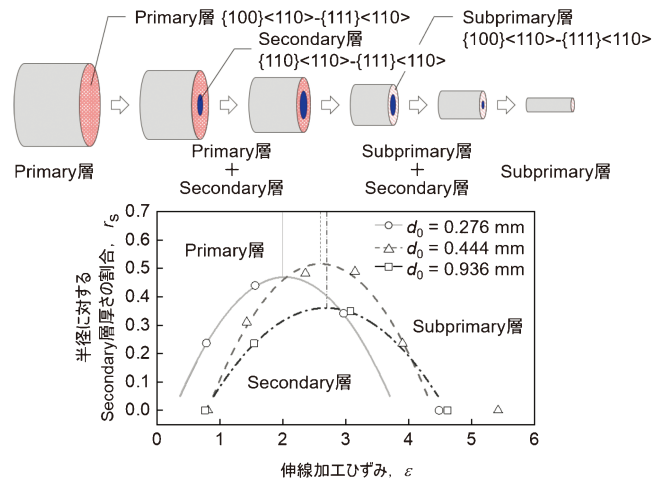


図5 伸線加工ひずみの増加に伴う半径に対するSecondary層({110}<110>-{111}<110>)厚さの割合の推移⁽¹³⁾.

す極点図, 内側では{110}から{111}にかけてが観察面に垂直であると示す極点図が取得され, 半径方向に垂直な面が異なる<110>繊維集合組織が形成されたと解釈できる. 各極点図のピークから, 観察面に垂直な面を読み取り, 図4に示す集合組織分布を得た. この分布図より, {100}<110>-{111}<110>と{110}<110>-{111}<110>の2種の方位群が存在し, 層構造が形成されると明らかにした. 推移は以下のように説明できる. 伸線初期, 半径方向全域に{100}<110>-{111}<110>が形成される. 伸線加工ひずみの増加に伴い, 先に形成された方位群を外側に持ちながら, 新たに内側に{110}<110>-{111}<110>が形成される. 伸線加工に伴い, 半径に対して内側の方位群が占める割合が増加するが, あるひずみ量まで達すると, 減少傾向に転じる. 高ひずみ域では, 再び外側の方位群が線全体を占める.

図5に示すように, 伸線材の半径に対する{110}<110>-{111}<110>の厚さ割合が最大値をとるひずみ量を境に, それより小さいひずみ域での外側({100}<110>-{111}<110>)をPrimary層, 大きいひずみ域での外側をSubprimary層, 内側({110}<110>-{111}<110>)をSecondary層と定義し

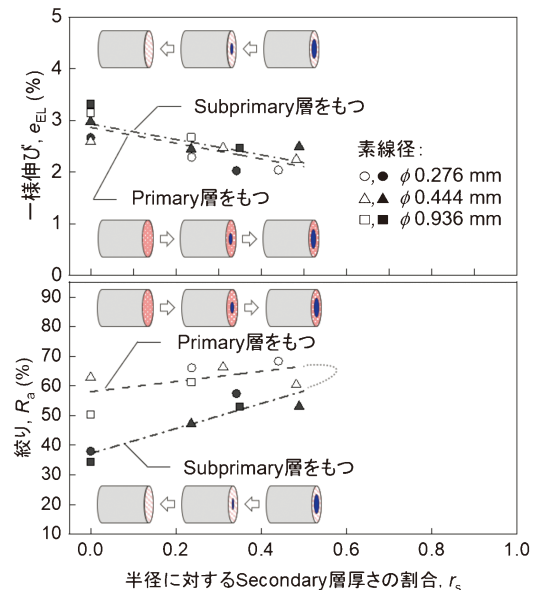


図6 半径に対するSecondary層({110}<110>-{111}<110>)の厚さ割合と, 引張試験で得られる一様伸びと絞りの関係⁽¹³⁾.

た。なお、終始外側の層である部位と、一度 Secondary 層となり再度外側の層となった部位では、特性が異なる可能性があるため、外側の層をひずみ量に応じて Primary 層と Subprimary 層で区別した。したがって、集合組織で特徴づけられる層構造は、Primary 層単層、Primary 層と Secondary 層の二層構造、Subprimary 層と Secondary 層の二層構造、Subprimary 層単層の順序で遷移すると説明でき、本研究ではこれをメゾスケール構造と称した。熱処理径によらず同様な推移をたどるが、熱処理径とメゾスケール構造の関係について、明瞭な相関は見られなかった。一方、伸線時の後方張力を大きくすると、上記遷移が早まる傾向が得られた。

(3) メゾスケール構造とマイクロ組織、機械的性質の関係

3章で示した機械的性質、4章(1)で示したマイクロ組織、4章(2)で示したメゾスケール構造の評価より、メゾスケール構造を介したマイクロ組織と機械的性質の結びつけを試みた。

メゾスケール構造と機械的性質の関係として、半径に対する Secondary 層の厚さ割合と一様伸び、絞りの関係を図 6 に示す。半径に対する Secondary 層の厚さ割合が大きいほど絞りが増加し、これに反して、一様伸びが減少する傾向が得られた。前述した伸線時の後方張力の増加がメゾスケール構造とマイクロ組織に及ぼす影響を考慮すると、同じひずみ量において、線径に対する Subprimary 層が厚くなると、単位質量当たりの格子欠陥量とセメントイト分解量が増加すると言える。つまり、「同じひずみ量において、単位質量当たりの格子欠陥量、セメントイト分解量が小さいほど絞りは大きく、一様伸びは小さい」とのマイクロ組織と延性の関係が導かれた。

伸線加工時の変形は、半径方向への圧縮応力が長手方向の伸長を引き起こすとの機構に基づくため、いかに半径方向に縮径できるかが細径化、つまり、高強度化において重要と言える。したがって、絞りの向上に効果のある組織形態(単位質量当たりの格子欠陥量、セメントイト分解量が少ない状態)が、高強度化に効果のある組織と言える。上記の組織形態は線径に対する Subprimary 層を薄くするような伸線加工法で形成でき、後方張力の低減がこれを実現する方法の一つである。

5. おわりに

ピアノ線の伸線加工の研究を通して、高精度な分析機器を活用し微視的な情報を得つつも、巨視的な視点、中間スケールでの視点も含めた、マルチスケールでの議論の重要性を学んだ。従来の常識に捕らわれず、多方面でのモノの捉え方が、新しい発見に重要であることを認識した。今後の研究人生にて取り組むどのような研究課題であれ、上記視点を常に意識しながら取り組みたい。最後に、研究活動における大変重要な基本姿勢をご教授賜りました鈴木進補教授、退職されてからも修士論文、博士論文にご助言を賜りました浅川基男名誉教授、本研究成果に尽力いただきました赤嶺宏哲氏、種

村玲奈氏、三井隆輝氏に深く御礼申し上げます。

文 献

- (1) <http://www.nssmc.com/> (accessed on 10th Sep. 2018).
- (2) <http://www.jfe-steel.co.jp/release/2018/02/180215.html> (accessed on 10th Sep. 2018).
- (3) http://www.nssmc.com/company/publications/monthly-nsc/pdf/2009_8-9_191_01_05.pdf (accessed on 13th Aug. 2018).
- (4) http://www.asada-metal.co.jp/PDF/High_Strength_S_F_W.Pdf (accessed on 13th Aug. 2018).
- (5) 日本産業規格 JIS G 3502 ピアノ線材。
- (6) 日本産業規格 JIS G 3522 ピアノ線。
- (7) Y. Li, D. Raabe, M. Herbig, P. P. Choi, S. Goto, A. Kostka and H. Yarita: Phys. Rev. Lett., 113 (2014), 106104.
- (8) K. J. Juul, K. L. Nielsen and C. F. Niordson: J. Manuf. Process., 25 (2017), 163–171.
- (9) 竹本康介: 塑性と加工, 57 (2016), 1122–1125.
- (10) S. Gondo, S. Suzuki, M. Asakawa, K. Takemoto, K. Tashima and S. Kajino: Int. J. Mech. Mater. Eng., 13 (2018), 5.
- (11) S. Gondo, H. Akamine, R. Mitsui, S. Kajino, M. Asakawa, K. Takemoto, K. Tashima and S. Suzuki: Ex. Tech., 45 (2021), 25–35.
- (12) S. Gondo, R. Tanemura, S. Suzuki, S. Kajino, M. Asakawa, K. Takemoto and K. Tashima: Mater. Sci. Eng. A, 747 (2019), 255–264.
- (13) S. Gondo, R. Tanemura, R. Mitsui, S. Kajino, M. Asakawa, K. Takemoto, K. Tashima and S. Suzuki: Mater. Sci. Eng. A, 800 (2021), 140283.
- (14) N. Guo, B. F. Luan, B. S. Wang and Q. Liu: Sci. China Technol. Sci., 56 (2013), 1139–1146.
- (15) M. Zelin: Acta Mater., 50 (2002), 4431–4447.
- (16) A. Lamontagne, V. Massardier, X. Kléber, X. Sauvage and D. Mari: Mater. Sci. Eng. A, 644 (2015), 105–113.
- (17) 大藤善弘, 浜田貴成: 鉄と鋼, 86 (2000), 105–110.
- (18) J. Languillaume, G. Kapelski and B. Baudelet: Acta Mater., 45 (1997), 1201–1212.
- (19) Y. J. Li, P. Choi, C. Borchers, S. Westerkamp, S. Goto, D. Raabe and R. Kirchheim: Acta Mater., 59 (2011), 3965–3977.
- (20) J. Park, S. D. Kim, S. P. Hong, S. I. Baik, D. S. Ko, C. Y. Lee, D. L. Lee and Y. W. Kim: Mater. Sci. Eng. A, 528 (2011), 4947–4952.
- (21) J. Takahashi, M. Kosaka, K. Kawakami and T. Tarui: Acta Mater., 60 (2012), 387–395.
- (22) 2004年日本鉄鋼協会講演論文集, No. 60.
- (23) F. Fang, Y. Zhao, P. Liu, L. Zhou, X. J. Hu, X. Zhou and Z. H. Xie: Mater. Sci. Eng. A, 608 (2014), 11–15.
- (24) M. H. Hong, W. T. Reynolds, T. Tarui and K. Hono: Metall. Mater. Trans. A, 30 (1999), 717–727.
- (25) M. Ettisch, M. Polanyi and K. Weissenberg: Z. Phys., 7 (1921), 181–184.
- (26) 1980年日本鉄鋼協会第100回秋季講演大会, No. 509.
- (27) 権藤詩織, 鈴木進補, 浅川基男, 梶野智史, 竹本康介, 田島憲一: まてりあ, 58 (2019), 83.
- (28) 権藤詩織: まてりあ, 58 (2019), 466.



権藤詩織

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★
2016年 日本学術振興会特別研究員 DC1
2019年 早稲田大学理工学術院 基幹理工学研究科 機械科学専攻 博士課程修了, 博士(工学)取得
2019年4月 現職
専門分野: 塑性加工・塑性力学, 集合組織
◎材料組織学的な観点から塑性加工のプロセスメカニズム解明に取り組む。機械学習を活用した最適加工プロセス選定の容易化に関する研究にも着手している。
★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★