

北海道大学工学部精密 ○浜田弘一, 清水竜也(現北海道新聞社), 義家敏正  
石田 嶽, 岡田亜紀良

### 1. はじめに

加工によって金属材料表面に導入される欠陥は、加工表面層または加工変質層として製品の強度、摩耗、耐久性、精度などに大きな影響を及ぼす。特に製品自体が小さくしかも高精度、高信頼性が要求される今日加工表面状態の解析がさらに重要である。

本研究では Ni の研磨、切削、放電およびレーザー加工したものについて表面から内部への組織変化をクロスセクション法(以下 C S 法)およびバックシンニング法(以下 B T 法)により試料を作製し透過電子顕微鏡を用いて観察した。

### 2. 実験方法

#### 1 加工試験片

本研究では C S 法による断面観察が重要であるため、本方法が確立されている Ni を試料として用いた。

Ni のロッドを厚さ 0.5 mm の薄板に圧延し、真空中で 900°C, 1 時間の再結晶焼鈍を行った。結晶粒径は約 10 μm の多結晶である。

#### 2 透過電子顕微鏡観察用試料の作製

C S 法は観察しようとする面、例えば加工表面などに同種金属のメッキを行い、加工表面に対して垂直にスライスし、界面付近を電解ジェット研磨で薄くし観察する方法である。この方法の特徴は表面から内部にわたって連続観察が出来ることである。

B T 法は観察面に絶縁物を塗り裏側から電解ジェット研磨を行う片面研磨法で、今回は絶縁物の代わりに同材質の Ni 板をかぶせて両面から研磨するように改良し、かぶせる Ni 板の厚さを変えることにより観察位置すなわち加工表面からの内部への深さが任意に決められるようにした。

#### 3 加工方法および加工条件

##### 1) ダイヤモンドペーストによる研磨

バフ布を張り付けた定盤上に粒径 0.3 μm のダイヤモンドペーストを D P ループリカントで溶かし、試料を取り付けた治具を摺動する方法で行った。研磨の圧力は約 8000 Pa とした。

##### 2) 切削加工

直径 200 mm の円筒面に加工試験片を固定し旋盤により加工を行った。切削工具は超硬工具(イグタロイ

UM 型三角チップ)を用い、ノーズ半径 0.4 mm, 切削速度 0.37 m/s, 送り 0.05 mm, 切込み 0.05 mm としさらに切削油を添加した。

##### 3) 放電加工

工具電極に銅板を用い放電加工を行った。加工機は三菱製放電加工機(DIAX DK280)を使用しパルス幅 2 μs, 休止時間 2 μs で行った。

##### 4) レーザー加工

パルスレーザーによる穴あけ加工を行った。装置は東芝 L A R - 114 型(ガスレーザー)で、発振波長 694.3 nm, パルス幅約 1 ms, ピーム径 0.18 mm, 出力 0.3 joule, 雰囲気は大気中である。

### 3. 透過電子顕微鏡による観察結果

#### 1) ダイヤモンド砥粒による研磨

C S 法による観察結果は、表面から 0.5 μm の範囲には非常に転位の密集した部分があり、1~2 μm のところは転位網になっていた。さらに中は転位密度は減少し、約 3~5 μm の深さで転位のタングルから内部素地へと続いている。

#### 2) 切削

C S 法での観察結果は、2~10 μm の範囲で転位密度の高いすべり面を含む強加工組織が観察された。

B T 法では、極く表面には切削に向う細かい再結晶粒がみられ、さらに内部では再結晶組織と強加工組織が混ざり、深さ 75 μm で細かなセル組織になっていた。セル組織から転位のタングルになる深さは約 200 μm であった。

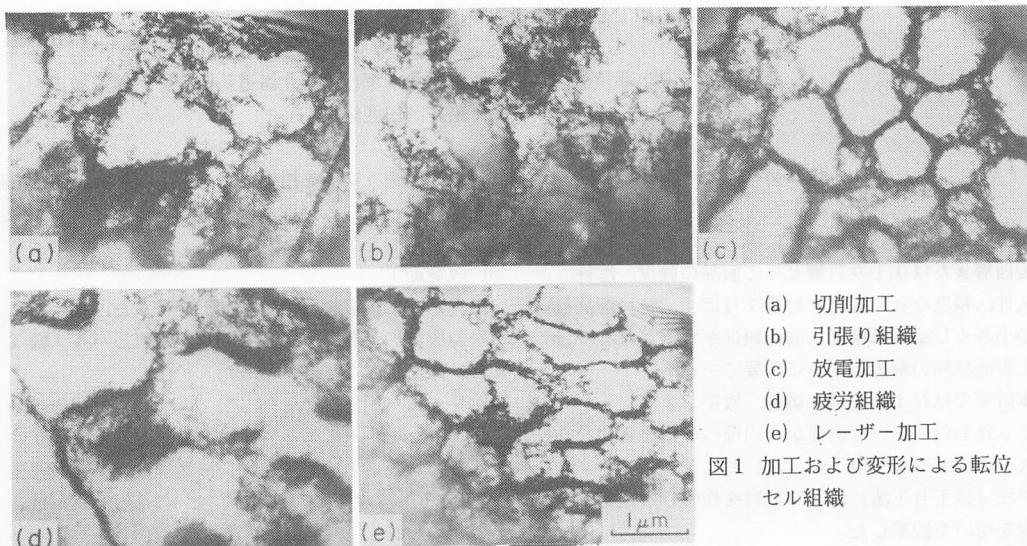
#### 3) 放電加工

C S 法による観察結果は、表面から約 0.5 μm の所に転位の非常に密集した筋状のものが見え、さらに内部に向かって転位が密集した 1 μm 前後のセル組織へとつづいていた。

B T 法による観察では、極く表面に細かい再凝固層と思われる組織が観察された。これよりわずか内部に転位が非常に密集した組織があり、さらに大きさが一定したセル組織が深くまでつづいていた。約 150 μm 附近でセル組織からタングルへと変化しており、熱歪の影響が相当深くまでおよんでいることを示している。

#### 4) レーザー加工

B T 法による観察結果より、溶融した後の表面には



(a) 切削加工  
 (b) 引張り組織  
 (c) 放電加工  
 (d) 疲労組織  
 (e) レーザー加工

図1 加工および変形による転位セル組織

再結晶粒らしきものは見られず、高密度の転位がからまつた転位網が出来ていた。表面より少し内部ではセル組織があり、さらに内部で転位密度が減少し、セル組織は崩れていた。セルサイズが  $1 \mu\text{m}$ 程度になっているところは表面から約  $200 \mu\text{m}$ の深さであった。

#### 4. 考 察

各加工におけるセル組織の大きさや形、セル間の結晶方向の傾き等に着目し、引張り、疲労などの変形による転位組織と比較し考察する。図1はNiにおける各加工および変形によるセルサイズが  $1 \mu\text{m}$ 前後の転位セル組織を示したものである。

##### 1) 研磨

ダイヤモンドペーストによる研磨の場合は、加工層が浅くしかも明確なセル組織が形成されていないためセル組織による加工層の評価は難しい。

##### 2) 切削

Fig. 1 (a)に示した切削加工におけるセル組織ではセルの中に転位が多数残っており、またセル間に結晶方位差がある。セル間のコントラストの違いがそれを示している。この様子は (b)の引張り変形によるセル組織に似ている。このことから切削加工における加工層の内部ではある特定方向からの応力を受け変形したものと推察される。

##### 3) 放電加工

放電加工による内部組織を (c)に示す。セル組織の間の結晶方位差が殆どなく、セルの大きさが一様に丸みをおびさらにセル壁での転位の密集度が高い、またセルの内部には転位がほとんどないことである。これ

らは繰り返し変形による疲労の転位組織 (d)に類似している。放電加工表面層の場合、加工層中で変形が繰り返され、疲労組織に似たセル組織を生じたものと考えられる。

##### 4) レーザー加工

レーザー加工によるセル組織 (e)は、輪郭がはっきりしている点やセル間に方位差がないことなど放電加工組織に似ているが、セルが少しうがんでいる。表面層では加工後の急冷による変形と、瞬間に衝撃を受けた状態とが重なりこの様なセル組織が出来たと考えられる。

#### 5. ま と め

Niを用い4種類の加工法について、加工表面層組織をCS法とBT法を用いて透過電子顕微鏡観察を行った。加工条件は限られたものであったが、本研究から次の事が明らかになった。

(1) ダイヤモンドペーストによる研磨では粒径の約10倍すなはち、 $0.3 \mu\text{m}$ を用いた場合約  $4 \mu\text{m}$ まで加工層が認められた。(2) 切削加工では極表面層に再結晶組織がありさらに強加工組織そして転位によるセル組織と、それぞれの深さ分布を確認した。(3) 放電加工では繰り返し変形による疲労組織に似たセル組織になっていることを確認した。(4) レーザーによる穴あけ加工では表面に再結晶組織は認められず加工表面層が約  $200 \mu\text{m}$ に達していることを確認した。

なお本研究にあたり加工試料の作製に対して北海道大学工学部高橋義美氏、九州大学応力研究所吉田直哉氏にお世話をなった。付記して厚く感謝の意を表する。