金属多結晶材における粒界近傍の不均一変形挙動に及 ぼす結晶性格の影響の解明

東京工業大学 物質理工学院*

永島 涼太

1. はじめに

金属材料は、その優れた強度と延性を有する特性から、ビルや橋梁など、様々な分野で 使用される基盤材料である.近年、持続可能な社会実現に向けた取り組みが進む中、自動 車の車体軽量化や建築用部材の削減が求められており、これに伴い構造用金属材料のさら なる高強度化が強く期待されている.ほとんどの金属材料は、複数の結晶粒から構成され る多結晶材料である.多結晶金属材料の強化手法として、固溶強化・析出強化・転位強化・ 結晶粒微細化強化(転位強化)が知られているが、その中でも結晶粒微細化強化は延性を 低下させることなく、強化させることができる.結晶粒径 *d*と強度(降伏応力σ_y)におい て以下の関係が経験的に知られている(Hall-Petchの関係).

 $\sigma y = \sigma 0 + k d^{-0.5}$ (1)

σ0は摩擦応力, kyは Hall-Petch 係数である.結晶粒径の減少に伴い,材料の強度が上 昇するが、その程度は Hall-Petch 係数 ky によって決まる.この k を理論的に解釈する試 みが行われ、多くのモデルが提案されている[3-9].これらのモデルで検討されている Hall-Petch 係数 k は多結晶の引張試験などで得られているため、多数の結晶粒界の平均 値であり、粒界個々の変形抵抗を評価することはできない. 粒界の構造には、粒界性格と 呼ばれる、粒界を挟んだ2つの結晶の方位差と粒界面の向きといった5つのパラメータが 存在する. 粒界性格に着目し、二つの結晶粒からなるアルミニウム双結晶を用いて、粒界 近傍の局所変形挙動を調査する試みが行われているが、この方法ではひとつの試験ではひ とつの粒界性格情報しか得られない[13].また,金属材料の変形挙動の解析には,試料表 面のすべり線の観察やひずみゲージによって平行部のひずみ量の測定が行われてきたが, 近年, 開発されたデジタル画像相関法 (Digital Image Correlation: DIC) は, 試験片表 面のスペックルパターンと呼ばれるランダムな模様のデジタル画像から試料表面のひず み分布を可視化する手法である[14-16].この手法により、ひずみの空間変化(ひずみ分 布)と時間変化(その場観察)を一度の試験で取得することが可能となる.上述した粒界 性格のうち、結晶方位差は鏡面研磨した試料表面に電子線を照射することで、電子線後方 散乱回折法(Electron Back Scatter Diffraction: EBSD)によって測定可能であるが, 粒界の向きは二面観察を行う必要がある.そこで本研究では、シンプルな結晶構造である 面心立方構造(face-centered cubic: fcc)が熱力学的に安定となる Ni-Cr 合金を用いて, 試験片平行部を貫通するほど粗大な結晶粒径を有する試験片に対して, EBSD によって粒 界性格のうち結晶方位差を測定したのちに、DIC によりその粒界近傍の変形挙動を追跡し た. 引張変形時の変形挙動の観察と、引張試験前後の組織観察の結果から、材料の局所変 形挙動に及ぼす粒界性格の影響を検討した.

2. 実験方法

供試材は,砂型鋳造法を用いて溶製した Ni-44wt.%Cr 合金である.冷却方法と冷却速度 をコントロールすることにより長軸径数 10 mm,単軸径数 mm の粗大な柱状粒を作製した. この鋳造材から,平行部体積 10.0^w × 50¹ × 2.0^t mm の試験片を切り出した後,Cr の均 質化を目的として,Ar 雰囲気中で 1573 K で 10.8 ks の溶体化処理を施した.熱処理条件 の決定には,Ni-Cr 二元系状態図[17]および Ni 中の Cr の拡散係数[18]を用い,fcc 単相 となる 1573 K でを熱処理温度とし,溶体化時間は Cr がデンドライト幅(約 100 µm)以 上拡散するように 1573 K における Ni 中の Cr の拡散係数から算出した.

熱処理後の試験片表面はエメリー紙を用いて研磨し、酸化被膜を取り除いた.得られた 試料は、以降の引張試験に供した.また、本鋳造材の粒径は試験片平行部の厚さよりも大 きく、切り出した試験片のもう片方の面はにも試験片と同一の結晶粒分布を有する.その ため、その面を鏡面研磨し、電子線後方散乱回折(Electron Back Scattering Diffraction: EBSD)検出機を搭載した、電界放出形走査電子顕微鏡(Field Emission Scanning Electron Microscope: FE-SEM、日本電子株式会社製、JSM-7001F)にて組織観察 を行った.結晶方位解析は、平行部の表面法線方向(Normal Direction: ND)から観察し、 FE-SEM に搭載された専用検出器によって EBSD パターンを検出し、これを OIM Data



図1.熱処理材の粒界近傍の逆極点図マップ:(a) GB A-B および (b)GB B-C と <110> および {111} 極点図:(c)Grain A,(d) Grain B,(d)(a)の視野から得られた Grain B,(e)(b)の視野から得られた Grain C および (f) Grain C (黒線は大角 粒界を示す).

Collection ver. 7.3.1 (TSL ソリューションズ製)を用いて測定,および,得られたデー タを 0IM Analysis ver. 8.6.0 (TSL ソリューションズ製) により解析した.測定条件は 加速電圧を 15.0 kV,作動距離を 15.0 mm,ステップサイズを 1.5 µm とした. 図1 は溶体 化材の GB A-B および GB B-C 近傍の (a, b) fcc-IPF マップと (c-f) 各粒内から取得し た 110 極点図と 111 極点図を重ねて表示したものである.極点図上では、<110>を黒色で、 {111} を赤色で示している.結晶粒内は均一な方位を持ち,粒界近傍まで fcc 単相である. EBSD の方位情報から、{111}<110>の fcc の 12 種類のすべり系の全ての Schmid 因子を計 算すると、最大値 S_F¹ と 2 番目に大きい値 S_F² ともに Grain A, B, C の順で小さくなってい る. また、Grain A は Grain B, C と比較して S_F¹ と S_F²の差が小さい.

引張試験機にはオートグラフ精密万能試験機(AG-100KNG/RX:株式会社島津製作所製) を用いて,ひずみ速度一定の条件下で試験を行なった.DICを用いた解析のため,3次元 カメラ(ARAMIS 3D Camera, GOM 社)を用いて引張試験中の試験片平行部を撮影した.画 素数 2752 × 2200 ピクセル,撮影速度 1/5 fps にてデジタル画像を連続して取得した. 画像相関に必要な平行部表面のランダムパターンは,黒および白色のスプレーを塗布する ことで施した.得られた画像を専用ソフトウェア(GOM Correlate Professional 2020, GOM 社)を用いて解析し,目的に応じて,試験片平均,局所領域平均または局所的なひず みとして評価した.また,DIC の空間分解能に影響するサブセットサイズならびにポイン ト間距離はそれぞれ 19 × 19 pixel (1 × 1 mm²)と 13 pixel (約 0.68 mm)とした.



図2.公称ひずみに伴う各粒の局所ひずみの変化.

3. 結果と考察

図2はそれぞれの結晶粒の中心での局所ひずみ *ε* と試験片全体のひずみ *ε* の関係を 示したものである.Grain A, B, Cの局所ひずみをそれぞれ赤, 青, 緑色で示している. 全体のひずみが 0.5, 4, 10%に達すると Grain B, A, Cの順でそれぞれ降伏し、粒内の局 所ひずみが急増する.本研究では,ひずみ速度一定の引張試験を行っているため,1つの 結晶粒が降伏し,粒内のひずみが急増しているときは他の2つの結晶粒の傾きが低下する. 3 つの結晶粒が降伏すると塑性変形が均一に発生する.このとき Grain B は Grain A, C と 比較して傾きが小さい. 全体のひずみが 50%に達すると Grain A にネッキングが生じて不 均一な塑性変形が発生する、これに伴って、Grain Aの傾きが上昇し、Grain B、Cの傾き が低下する.図中の破線はGrain A[~]Cの局所ひずみがほぼ同一となる, ε₀ = 22%を示し ている. ε₆ = 10, 22, 50%における局所ひずみ分布の線分析を,引張方向に平行な中心 線に沿って試験片平行部で行った.局所ひずみマップから、粒内の局所ひずみが同程度で あっても、GB A-Bよりも GB B-C の方が粒界近傍のひずみ量が小さい領域が広いことが観 察された. ες = 22%における GB A-B, GB B-C のひずみはそれぞれ 8.8%, 6.2%であり, GB A-Bのひずみの方が大きい.また、粒内のひずみの増加に伴って粒界のひずみが増加する が、GB A-Bのひずみは常に GB B-C よりも大きい. 粒界のひずみは隣接する結晶粒のひず みに依存するため、粒界のひずみを隣接する粒内のひずみの平均値で規格化した、次の relative strain という値を定義する.



図3.公称ひずみの平均と各粒界の相対ひずみの関係.

ここで、 ϵ_{GB} 、 ϵ_{GI} はそれぞれ、粒界のひず みおよび隣接する2つの結晶粒のひずみ の平均を表す. Fig. 9 の線分析の結果か ら、 $\epsilon_{G} = 22\%$ における relative strainを 算出すると、GB A-Bでは0.19、GB B-Cで は0.14 となり、隣接する粒内のひずみで 規格化してもGB A-BのほうがGB B-Cと比 較して変形している. relative strainに 及ぼす ϵ_{GI} の影響を明らかにするため、全 体ひずみが10%から50%まで、10%ごとに線 分析を行い、それぞれの粒界における relative strain、 ϵ_{GI} を算出し、その結果 を図3に示す.塑性変形中は常にGB A-Bの ほうがGB B-Cと比較して、 ϵ_{GI} に対する



図4. 粒界で交差する2つのすべり系同 士の幾何学的位置関係の模式図

relative strainが大きく, 傾きが大きい. つまり, 粒内に同程度の塑性変形が生じた場合でも粒界ごとに変形量が異なり, その程度は塑性変形初期から後期にかけて増大することを示唆している.

塑性変形中は常に GB A-B のほうが GB B-C と比較して ϵ_{GI} に対する relative strain が高 い. 粒界における変形の伝播の難易度を表す指標として,様々な因子が提案されているが, 本研究では Luster and Morris が提唱した幾何学的整合係数 m'に着目した[19]. 図4に 隣接する2つの結晶粒で活動するそれぞれのすべり系と粒界面の模式図を示す. m'は2つ の異なるすべり系の間に置いて,すべり方向がなす角 κ とすべり面法線方向がなす角 ϕ を 用いて次の式で定義される (0 $\leq \kappa$, $\phi \leq \pi/2$).

 $\mathbf{m}' = \cos\phi \cdot \cos\kappa \quad (3)$

あるいは2つのすべり系の面法線ベクトル n_A, n_Bとバーガースベクトル b_A, b_Bを用いて,

$$\mathbf{m}' = (\mathbf{n}_{\mathbf{A}} \cdot \mathbf{n}_{\mathbf{B}}) (\mathbf{b}_{\mathbf{A}} \cdot \mathbf{b}_{\mathbf{B}}) / (|\mathbf{b}_{\mathbf{A}}| |\mathbf{b}_{\mathbf{A}}|) \quad (4)$$

とも書ける.m'は結晶粒界を越えた変形の伝播しやすさを評価する値である.m'は0から 1までの値をとり、大きな値であるほど2つのすべり系の幾何学的な整合性がよく、粒界 を越えたすべりの伝播が起こりやすいことを示す.表面観察により活動を確認したすべり 系に対してそれぞれの粒界ごとに4つの m'を算出し、そのうち最大の値をその粒界での m'値とした.m'の値は、GB A-Bでは0.90、GB B-Cでは0.65とあり、GB A-Bの方が高い m'の値を持つことから、粒界を越えたすべりの伝播が起こりやすいほど粒界のひずみが上 昇し relative strain が高い値となることが示唆される.

4. まとめ

本研究では、粒径数 10 mm となる Ni-Cr 合金の鋳造材を溶体化した後、引張試験するこ とによって変形に及ぼす粒界性格の効果を検討した.また、塑性変形に及ぼす粒界性格の 影響を評価するために、デジタル画像相関法を用いて結晶粒内とそれに伴う粒界近傍での 変形挙動を解析した.その結果、隣接する2つの結晶粒内の平均ひずみ ε GI に対する相対 的な粒界ひずみ (relative strain) は、粒界ごとにその傾きが異なり、その傾きは、結晶 の幾何学的位置関係に関する m'が大きいほど、大きくなることが明らかになった.

謝辞

本研究を遂行するにあたり,公益財団法人 天野工業技術研究所から多大なご支援を頂 きました。ここに記して謝意を示します。

参考文献

- [1] E.O. Hall: Proc. Phys. Soc. London Sect. B 64 (1951) 747-752.
- [2] N.J. Petch: J. Iron Steel Inst. 174 (1953) 25-28.
- [3] E.O. Hall: Proc. Phys. Soc. London Sect. B 64 (1951) 747-752.
- [4] N.J. Petch: J. Iron Steel Inst. 174 (1953) 25-28.
- [5] R.W. Armstrong: Adv. Mater. Res. 4 (1970) 101.
- [6] J.C.M. Li: Trans. Metall. Soc. AIME 277 (1963) 239-247.
- [7] M.F. Ashby: Philos. Mag. 21 (1970) 399-424.
- [8] M.A. Meyersm and E. Ashworth: Philos. Mag. A 46 (1982) 737-759.
- [9] R. Armstrong, I. Codd, R. M. Douthwaite and N. J. Petch: Philos. Mag. 7 (1962) 45-58.
- [10] K. Endo, S. Ii, Y. Kimura, T. Sasaki, S. Goto, T. Yokota and T. Ohmura: J. Japan Inst. Met. Mater. 85 (2021) 30-39. https://doi.org/10.2320/jinstmet.JD202005
- [11] K. Nakano, K. Takeda, S. Ii and T. Ohmura: J. Japan Inst. Met. Mater. 85 (2021) 40-48.
- [12] H. Yasuda, K. Cho, Y. Murozumi, M. Nomoto, H. Toda, W. Suzuki: Tetsu-to-Hagané 108 (2022), No. 10, 751-761.
- [13] D.Livingston and B.Chalmers: Acta Metall., 5 (1957), 322.
- [14] Z.H. He, M.A. Sutton, W.F. Ranson, W.H. Peters: Exp. Mech., 24 (1984) 117.
- [15] T.C. Chu, W.F. Ranson, M.A. Sutton, W.H. Peters: Exp. Mech., 25 (1985) 232.
- [16] M. A. Sutton, M. Q. Cheng, W. H. Peters, Y. J. Chao, S. R. McNeill: Image and Vision Computing, 4 (1986) 143.
- [17] P. Nash, Bulletin of Alloy Phase Diagrams, 7 (1986), 466-476.

- [18] A. Davin, V. Leroy, D. Coutsouradis and L. Habraken: Mem. Sci. Rev. Metall., 60 (1963), 275-284.
- [19] J. Luster and J.M. Morris: Metall. Mat. Trans. A 26 (1995), pp. 1745-1756.