

金属多結晶マイクロ組織における変形挙動解析の新展開： イメージベース動的バーチャル結晶回折測定法の開発

東京科学大学 物質理工学院 材料系

段野下 宙志

1. はじめに

金属材料は、強度と延性を同時に求められる構造用途で広く用いられている。鉄鋼、アルミニウム、チタン合金のような構造用金属材料は、使用温度、荷重条件、耐食性、軽量化の要求に応じて選択される。近年では、構造材料の性能向上は単に強い材料を作る問題にとどまらない。高強度化によって部材を薄肉化できれば、生産量が削減できるだけでなく、輸送機器の軽量化を通じて使用時のエネルギー消費を低減できる。また、アルミニウム合金のようにリサイクル利用が求められる材料では、再生材を用いても必要な力学特性を確保するための材質設計が求められる。したがって、構造用金属材料の研究では、材料の製造、使用、再利用を含む循環の中で、低環境負荷で必要な性能をどのように安定して発現させるかが課題になる。

金属材料の力学特性を強く支配するのが多結晶体で構成されるマイクロ組織である。多くの金属材料は、サブ μm から数百 μm 程度の結晶粒が集合した組織を持つ。個々の結晶粒は結晶方位を持ち、結晶方位によって変形しやすい方向や面が異なる。このため、同じ外力が加わっても、すべての結晶粒が同じように変形するわけではない。結晶粒の形状、結晶方位、隣接する結晶粒との拘束条件が組み合わさることで、多結晶体内部には不均一な応力場とひずみ場が生じる。この不均一なマイクロ変形は、構造材料の巨視的な変形や破壊の端緒になる。部材として観察される塑性変形、加工硬化、疲労損傷、き裂発生は、結晶粒スケールの局所的な変形が蓄積した結果として現れる。そのため、構造材料の信頼性を高めるには、マイクロ組織のどの領域で、どのような変形が、どの程度進むのかを理解する必要がある。

しかしながら、電子線、X 線、中性子線を用いた実験・解析技術は大きく発展しているが、多結晶マイクロ組織を三次元的に把握し、その変形を時間発展として動的に追跡することは依然として難しい。そこで本研究では、金属多結晶マイクロ組織の三次元的な変形挙動を理解するために、イメージベース動的バーチャル結晶回折測定法の開発を目指した。

この手法では、観察から得たマイクロ組織情報をもとに三次元の多結晶モデルを構築し、そのモデルを用いて結晶塑性有限要素解析（CP-FEM）を行う。得られた結晶粒ごとの応力やひずみを、X 線回折や中性子線回折で観測される結晶方位群と対応づけることで、回折実験で得られる平均情報をマイクロ組織の内部状態として読み解く。これを目指して、本研究の目的は、実験的に解析が難しい結晶粒スケールの変形を、観察、数値解析、回折測定を接続する研究基盤を構築することとした。

2. 多結晶マイクロ組織のモデル化と結晶塑性有限要素解析

本研究では、主要な構造材料の中でも力学・結晶学的な扱いが比較的明確であり、軽量構造材料として利用が広いアルミニウム合金を対象とした。また、アルミニウム合金はリサイクル材としての再活用が期待される一方で、製造履歴や熱処理によってマイクロ組織と力学特性が変化しやすい。このため、組織情報に基づいて変形挙動を説明できる解析基盤を整える意義がある。

研究の前半では、観察したマイクロ組織イメージをもとに三次元モデルを構築し、そのモデルを用いて変形シミュレーションを実施した。マイクロ組織情報の取得には、走査電子顕微鏡（SEM）と電子後方散乱回折法（EBSD）を用いた。EBSD法では、試料表面に収束電子線を照射し、得られた回折パターンを解析することで、測定点ごとの結晶方位を取得できる。電子線を二次元的に走査すれば、結晶方位を持つ点群データとして多結晶組織イメージを取得できる。一方、電子線の透過能には制約があるため、通常のEBSD法で得られる情報は試料表面に限られる。三次元組織を直接取得するには、シリアルセクションングのように試料を逐次研磨しながら観察する方法がある。しかし、本研究では解析基盤の構築を優先し、二次元観察から得られる平均結晶粒径と粒径分布をもとに三次元多結晶モデルを補完的に構築した。具体的には、Voronoi 分割に基づいて結晶粒を生成し、観察結果から得られた平均結晶粒径と粒径分布を満たすように結晶粒配置を決定した[1]。

図 1 に本研究で使用した Al 合金のマイクロ組織と三次元モデルを示す。対象とした Al-Cu 合金では、平均結晶粒径は約 200 μm であり、顕著な集合組織は認められなかった。そのため、各結晶粒にはランダムな初期結晶方位を付与した。作成した多結晶有限要素モデルでは、要素数を $29^3 = 24,389$ とした。

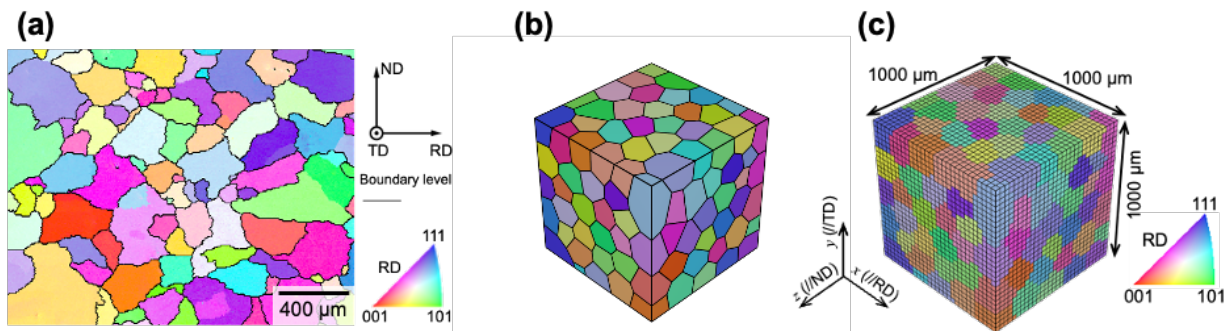


図 1. 実験に用いた Al-Cu 合金のマイクロ組織と、CP-FEM 解析に用いた三次元多結晶有限要素モデル。(a) EBSD 法により取得した結晶方位マップ、(b) 結晶粒形状を再現した三次元多結晶モデル、(c) 有限要素分割後の解析モデル。

変形解析には、CP-FEM を用いた。CP-FEM 法は、結晶方位に依存する弾塑性変形を有限要素解析の中で扱う手法である[2]。解析には Abaqus/Standard とユーザーサブルーチン UMAT を用いた。この環境により、観察から得た粒径情報、結晶方位、すべり系、転位密度発展則を同一の多結晶有限要素モデルに組み込むことができた。以上のモデル化と解析環境の構築により、イメージベース多結晶マイクロ組織モデルを用いた変形シミュレーション

ョンを行なった。

通常の等方的な塑性解析では、材料の降伏や硬化を巨視的な応力ひずみ関係として表すことが多い。しかし、多結晶金属では、塑性変形は結晶内のすべり系の活動として生じる。結晶塑性有限要素法では、各結晶粒に結晶方位を与え、すべり系ごとの分解せん断応力と臨界分解せん断応力に基づいて塑性変形を計算する。このため、同じ外力を受ける多結晶体の中で、結晶方位や結晶粒間拘束によって異なる変形が生じることを表現できる。

本研究の解析では、面心立方構造のアルミニウム合金を対象として、 $\{111\}<110>$ すべり系を考慮した。全変形勾配は弾性成分と塑性成分に分解し、塑性速度勾配を各すべり系のすべり速度の和として表した。すべり速度には power-law 型のすべり則を用いた。加工硬化については、転位密度を内部状態変数として扱う Kocks-Mecking 型硬化則[3]を用いた。この硬化則では、塑性変形に伴う転位の蓄積と動的回復を、転位増殖係数と転位消滅係数によって表す。このようにして、応力ひずみ応答だけでなく、変形に伴う転位密度発展も解析対象に含めた。

3. 変形挙動の定量評価と解析パラメータの検証

CP-FEM では、結晶方位、すべり系、硬化則、初期転位密度を与えることで、応力ひずみ応答や転位密度分布を計算できる。しかし、計算結果が得られることと、その結果が実材料の変形を表していることは同じではない。特に本研究で扱う転位密度は、解析の内部状態変数として導入されるため、巨視的な応力ひずみ応答の再現だけでは妥当性を判断できない。そこで本研究では、CP-FEM の内部状態変数を実験値と対応させるため、引張試験、X 線回折ラインプロファイル解析、EBSD 法に基づく転位密度評価を組み合わせた。これにより、応力ひずみ応答に加えて、転位密度の発展という内部量についても解析の妥当性を評価した。

まず、圧延前材の X 線回折測定から転位密度を評価した。回折プロファイルには、結晶子サイズ、転位密度、転位配列、転位性格などの情報が反映される[4]。本研究では、装置関数補正を行った後、ラインプロファイル解析により初期転位密度を評価した。圧延前材の初期転位密度を結晶塑性有限要素解析の初期条件として導入した。次に、室温引張試験により得られた応力ひずみ応答を用いて、初期臨界分解せん断応力と硬化則の係数を同定した。その結果、実験で得られた応力ひずみ応答をよく再現する多結晶モデルを構成した。

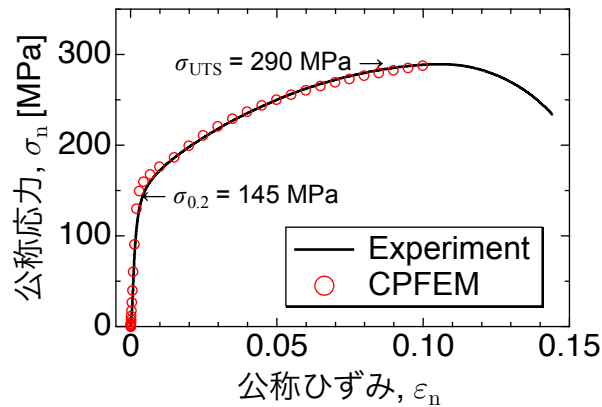


図 2. 実験とシミュレーションによって得られた公称応力-ひずみ線図

しかし、応力ひずみ応答が一致していても内部状態変数としての転位密度が正しく予測されているとは限らない。この点を検証するため、同定したパラメータを持つ材料モデルに対して冷間圧延シミュレーションを適用し、転位密度の発展を X 線回折測定および EBSD 法に基づく評価と比較した。その結果、CP-FEM では、冷間圧延に伴う転位密度の増加傾向と、結晶回転に対応する幾何学的必要転位密度の変化を再現できた。一方、総転位密度の定量値には実験値との乖離があった。この差は、引張変形で同定した硬化則の係数を、そのまま冷間圧延の変形場に適用したことによる可能性がある。この比較から、多結晶体内の変形不均一性について良好に再現できた反面、内部状態変数の定量性にはまだ課題が残るが、X 線回折で測定される転位密度を CP-FEM 解析の内部状態変数の検証に用いる流れを構築した。

並行して、微小領域における力学特性の結晶方位依存性を評価するため、ナノインデンテーション試験も行った。図 3 にその概要を示す。本研究では、試料表面上で結晶方位を事前に選別せず、多数のナノインデンテーションを行った。その後、同一領域を EBSD 法で測定し、IPF マップ上で圧痕位置と結晶粒方位を対応づけた。これにより、荷重変位曲線、押し込み硬さ、最大押し込み深さを、個々の結晶粒の結晶方位と対応させて整理できるようになった。粒界近傍の圧痕や方位の同定が難しい測定点は除外し、結晶粒ごとの平均的な応答を比較した。その結果、ナノインデンテーションによって得られる局所的な変形抵抗が、結晶方位や組織状態に依存して変化することを評価できた。この手法は、結晶塑性有限要素解析で用いる局所的な材料応答を検証するための実験的な基盤になる。

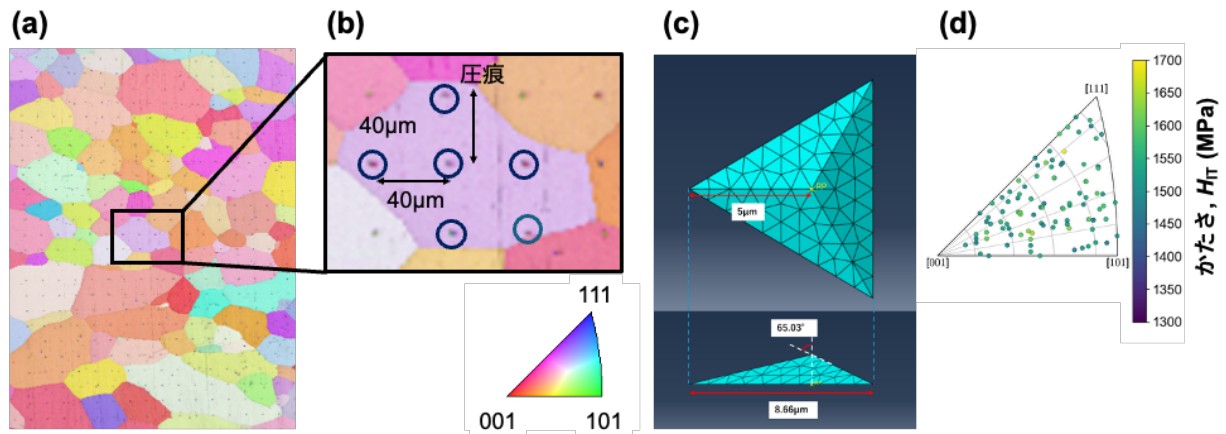


図 3. 微小領域における力学特性の結晶方位依存性の調査: (a) 多結晶マイクロ組織, (b) EBSD 像における圧痕位置の同定, (c) 本研究で用いたナノインデンテーション圧子の形状, (d) 結晶方位とかたさの関係.

4. バーチカル結晶回折測定法の検討

本研究の後半では、CP-FEM で得られる結晶粒ごとの応力やひずみを、回折測定で得られる情報と対応させる方法を検討した。X 線回折や中性子線回折では、特定の回折条件を満たす結晶粒群からの統計情報が得られており、それらをしばしば平均値として扱っている。この統計情報は、材料内部の応力や転位密度を反映する。しかし、回折ピークから得られる値だけを見ても、照射体積内でどのような結晶粒が、どのような拘束状態で変形しているのかは直接にはわからない。

この問題に対して、本研究では多結晶有限要素モデルの中で、回折条件に対応する結晶方位群を抽出し、その結晶粒群のひずみ分布を調査した。図 4 に CP-FEM シミュレーションの引張変形中における 422 回折面の変形方向に対する格子ひずみ分布を示す。同じ結晶方位を持つ結晶粒であっても、変形後期には粒内のひずみ分布が大きく異なる場合があった。この差は、結晶方位だけで決まるものではない。結晶粒の形状、隣接粒の結晶方位、粒界を介した変形拘束、局所的な応力集中が重なって生じる。したがって、回折測定で得られる平均値を理解するには、結晶方位だけでなく、マイクロ組織内での結晶粒の配置と周囲との力学的相互作用を考慮する必要がある。

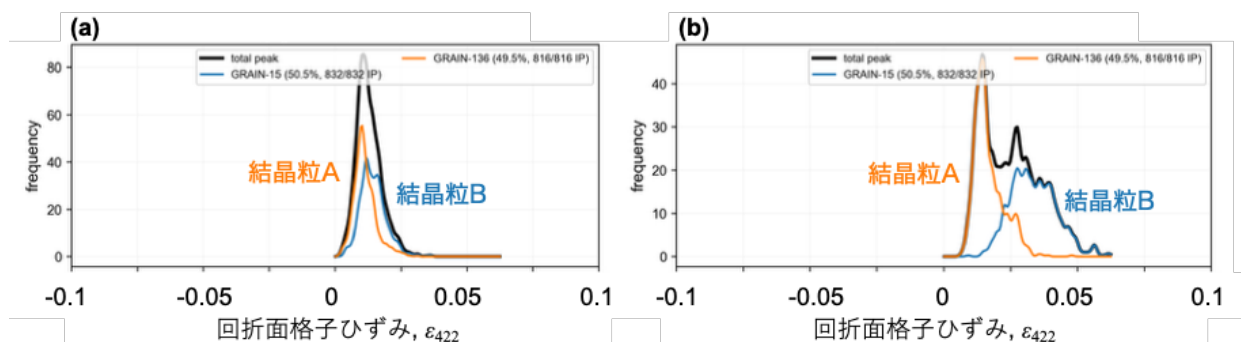


図 4. CP-FEM シミュレーションにより得られた 422 回折面の格子ひずみ分布. (a) 変形初

期、(b) 変形後期。橙線と青線は、同じ 422 回折条件を満たす結晶粒 A および結晶粒 B の分布を示す。変形後期において、結晶粒 B の方が大きく変形している。

この結果は、バーチャル結晶回折測定法の基本的な意義を示している。従来の回折測定では、測定されたピーク位置やピーク幅から、平均応力、転位密度、結晶子サイズなどを評価する。一方、本研究の手法では、計算機内の多結晶モデルに対して仮想的な回折条件を設定し、回折に寄与する結晶粒群の内部状態を抽出できる。これにより、回折データに含まれる平均情報を、結晶粒スケールの応力やひずみの分布として解釈できる。特に、中性子線回折との接続には大きな意義がある。中性子線は透過能が高く、mm から cm スケールの試料体積に含まれる多結晶体の平均情報を取得できる。その一方で、EBSD 法のように個々の結晶粒形状を高い空間分解能で直接観察することはできない。中性子線回折は試料全体の平均像を与え、電子線観察は表面近傍のマイクロ組織像を与える。本研究で構築した解析基盤は、この二つの情報を結び、回折測定で得られる平均情報をマイクロ組織に基づいて分解して理解するための手段になる。

本研究では、弾性異方性と塑性異方性が比較的小さい条件では、巨視的な応力ひずみ応答と回折情報を組み合わせることで、パラメータ同定が可能であることを示した。ただし、異方性が大きい材料、析出物を含む材料、強い集合組織を持つ材料では、マイクロ組織モデルの精度、すべり系の硬化則、転位密度発展則、回折条件の設定を材料ごとに検討する必要がある。

9. まとめ

本研究では、金属多結晶マイクロ組織における三次元的な変形挙動を理解するため、イメージベース動的バーチャル結晶回折測定法の開発に取り組んだ。アルミニウム合金を対象として、EBSD 法による組織観察をもとに三次元多結晶有限要素モデルを構築し、CP-FEM による変形解析を実施した。次に、X 線回折による転位密度評価と引張試験を用いて、解析条件と硬化則の妥当性を検証した。この検証により、構築したモデルが多結晶体内の不均一変形と転位密度発展を扱う基盤として使えることを確認した。

そのうえで、回折条件に対応する結晶粒群を多結晶モデル内から抽出し、それらの結晶粒に生じるひずみ分布を解析した。同じ結晶方位を持つ結晶粒であっても、変形後期の粒内ひずみ分布が大きく異なることを示した。この結果は、X 線回折や中性子線回折で得られる平均情報を、マイクロ組織に基づいて分解して理解するための解析基盤になる。今後は、実際のその場回折測定との比較、三次元実組織モデルの導入、転位密度発展則の物理的定量化を進める。これにより、マイクロ組織、結晶塑性解析、回折測定を接続した材料変形解析法として発展させる。

謝辞

本研究は（公益財団法人）天野工業技術研究所、2025 年研究助成を受けて実施されました。

参考文献

- [1] R. Quey, P. R. Dawson and F. Barbe, Large-scale 3D random polycrystals for the finite element method: Generation, meshing and remeshing, *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 200 (2011), 1729-1745.
- [2] F. Roters, P. Eisenlohr, L. Hantcherli, D. D. Tjahjanto, T. R. Bieler and D. Raabe, Overview of constitutive laws, kinematics, homogenization and multiscale methods in crystal plasticity finite-element modeling: Theory, experiments, applications, *Acta Materialia*, 58 (2010), 1152-1211.
- [3] U. F. Kocks and H. Mecking, Physics and phenomenology of strain hardening: the FCC case, *Progress in Materials Science*, 48 (2003), 171-273.
- [4] G. Ribárik and T. Ungár, Characterization of the microstructure in random and textured polycrystals and single crystals by diffraction line profile analysis, *Materials Science and Engineering: A*, 528 (2010), 112-121.