

粗大結晶粒材料の変形解析による 少数結晶材料の塑性変形機構の解明

東北大学 大学院工学研究科 金属フロンティア工学専攻
助教 上島 伸文
(平成 28 年度 奨励研究助成 AF-2016041)

キーワード：少結晶材料、画像相関法

1. 研究の目的と背景

試料のサイズに対して結晶粒径が十分に小さい場合は、均一な連続体として考え、構成式を用いたモデル化によって変形を予測することができる。一方で、単結晶の場合には、シュミット因子によりすべり系が決定することが知られている。その中間にあたる、試料のサイズと結晶粒径のサイズが同程度となる場合には、不均一に変形することが知られている^{1,2)}。学術的に興味を持たれるとともに、微細な部材を加工する際に問題となることや、結晶塑性モデルと直接比較が可能である点で実用上も興味を持たれる。結晶粒が少数である試料の変形挙動について、結晶粒径がサブミリメートルから数ミリメートルスケールの試料の変形挙動が報告されている^{3,4)}。しかしながら、いずれも単一の試料について報告するにとどまっている。

本研究では、 casting 後徐冷することで、様々な結晶分布の試料を作製した。Cu-xAl 合金の粗大少結晶試料について、結晶分布が変形挙動に及ぼす影響を、画像相関法(Digital Image Correlation, DIC 法)によって解析するとともに、光学顕微鏡によってすべり線を観察することで、明らかにすることを目的とする。申請段階では結晶塑性有限要素法との比較、モデル化を目的としていたが、より簡便なモデルによる説明を試み、説明が付いた為、そちらを採用した。

2. 実験方法

2・1 試料作製

銅(純度 99.99%)とアルミニウム(純度 99.99%)を Cu-xAl(x=0, 2, 4, 6 wt.%)の割合となるよう秤量し、各試料を高周波溶解炉で溶解し合金を作製した。また結晶粒を粗大化させるためにチャンバー内を真空引きし低圧状態でアルミナするつばへ注湯後、徐冷した。冷却後のインゴットをワイヤー放電加工で図 1 の寸法のドッグボーン型引張試験

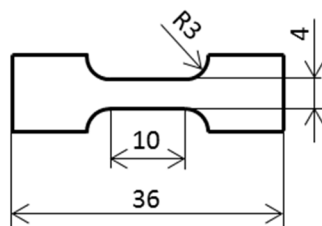


図 1 引張試験片の寸法

片に加工した。均質化の為に、 casting した試料を真空中で 950°C, 72 時間熱処理した。その後湿式研磨で各試料を 0.35 mm から 0.8 mm まで薄くした。また、比較のために厚さ 1 mm の純銅板(99.99%)を図 1 と同様の寸法の試験片に加工し、厚さ 0.8 mm まで研磨し微細粒組織をもつ比較材を作製した。

2・2 組織観察

全ての試料は目的の厚さ付近まで研磨を行った後、耐水研磨紙#500~#2000 を用いて湿式研磨し、3 μm のダイヤモンドペーストでバフ研磨を行った。その後、OP-U コロイダルシリカ懸濁液を用いて 8 時間振動研磨にて仕上げ研磨を施した。仕上げ研磨後、ORT-4(有限会社ファーストダック製)を用いて試料を洗浄した後、EBSD により結晶粒の方位を測定した。また一部の試料については、裏面の組織を把握するために、同様の研磨を試料の裏面にも施し同様に EBSD による方位観察を行った。

2・3 引張試験

引張試験には、島津製作所製オートグラフ AG-X 10kN 精密万能試験機を用いた。クロスヘッド速度は 0.4 mm/min とし、長手方向に単軸引張試験を行った。デジタル画像相関法 (Digital Image Correlation method, DIC 法) による分析のため、あらかじめ試料表面に白と黒のスプレーを塗布して一様にランダムな細かい模様を付け、試験中の試料表面の変形の推移を ANMO Electronics Corporation 製デジタルマイクロスコープを用いて録画した。なお降伏後の加工組織を観察するため、一部の試料に関してはひずみが 3% になった時点で引張試験を中断し、組織の観察を行った。引張試験後に加工組織を観察した試料に関しては、引張試験の際に塗布するスプレーを超音波洗浄で落とした後、光学顕微鏡 (KEYENCE 製) を用いて活動すべり線の観察を行った。また、加工組織の結晶方位変化を観察するために、EBSD で再度方位の測定を行った。

2・4 DIC 法によるひずみ解析

本研究では GOM 社の DIC ひずみ解析用ソフトウェア GOM Correlate により試料表面における相当ひずみの分布を測定した。なお、測定の際のサブセットの大きさは 19 $\times$ 19 ピクセルとし、サブセット間距離を 16 ピクセルとした。なお、この時 1 ピクセルは 1.53×10^{-2} mm であった。

3. 研究成果

3・1 ひずみ分布の解析結果の妥当性検証

GOM Correlate によるひずみ解析の結果を図2に示す。(a)は平均粒径 $d=0.05\text{ mm}$ の比較材平行部の相当ひずみ分布である。(a-1), (a-2), (a-3)がそれぞれ公称ひずみ 3, 4, 5%の時点であり, 始めはひずみが均一に分布し, 最大引張応力を超えると, 中央部にひずみが集中している様子が確認できた。(b)は $d=3.31\text{ mm}$ の試料の相当ひずみ分布である。(b-1), (b-2), (b-3)がそれぞれ公称ひずみ 1, 2, 3%の時点であり, 粗大粒試料においては1%の時点において既にひずみの不均一な集中が起こり, 以降続いていることから, (a)の微細粒試料とは明らかに異なる不均一なひずみ集中が起こることが確認できた。また, これらの引張試験においてDIC法により得られた引張量と, クロスヘッドの移動量には対応関係が見られた。

図3は引張試験を公称ひずみ5%の時点で止めた粗大粒試料に関して, 試験後にEBSD測定を行い, (a)GOSの大きさと(b)相当ひずみ分布を比較したものである。ひずみが大きく集中した部分とGOSの大きな粒が対応していることから, GOM correlateにより不均一変形における局所的なひずみ分布の解析も可能であることが確認できた⁵⁾。

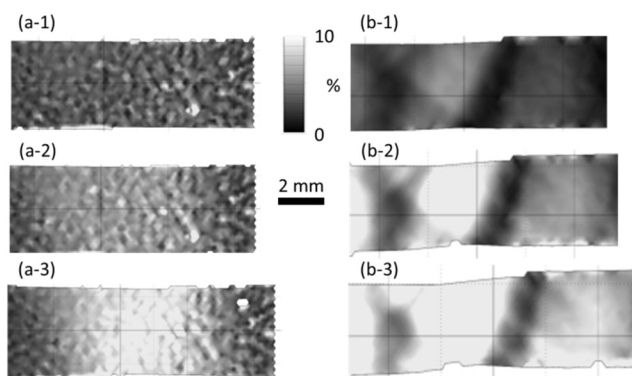


図2 相当ひずみ分布。(a)は平均粒径 0.05 mm の試料であり, (a-1), (a-2), (a-3)がそれぞれ公称ひずみ 3, 4, 5%の時点である。(b)は平均粒径 3.31 mm の試料であり, (b-1), (b-2), (b-3)がそれぞれ公称ひずみ 1, 2, 3%の時点である。

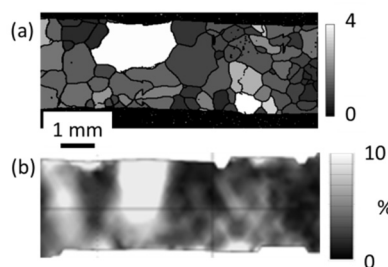


図3 公称ひずみ5%の時点で引張試験を中断した試料の(a)試験後のGOS分布と(b)相当ひずみ分布。

3・2 ひずみの局所化と粒径、厚さの関係

ひずみ分布の不均一性を定量的に評価する為に, 公称ひずみが3%となるときの, 局所的な相当ひずみを 0.2 mm 間隔で取得し, 頻度分布を作成した。なお, この時の相当ひずみは平面ひずみを仮定して算出した値である。図4に一例として純銅試料の結果を示す。平均粒径が大きな試料ほど, 分布がブロードになっており, 不均一に変形する傾向が見られた。他の組成の試料についても同様の傾向が見られた⁶⁾。

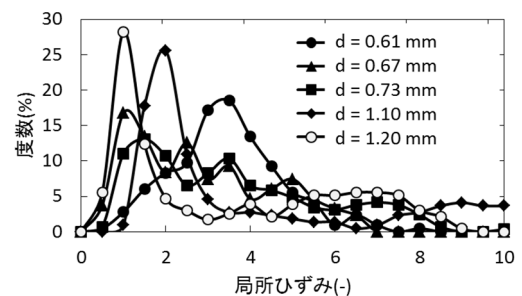


図4 公称ひずみ3%時点での, 純銅試料の局所ひずみの頻度分布の粒径依存性。

Cu-4wt.%Alの試料の一部は, 厚さをその他の試料より薄く加工し引張試験を行った。図5に平均粒径が 0.4 mm 程度で厚さの異なる試料の頻度分布を示している。厚さが薄い場合には, 平均粒径が同程度の試料であっても, ひずみの分布がブロードとなる, つまりひずみの局所的な集中が起きる傾向がみられた。

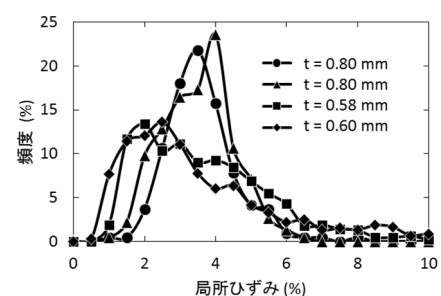


図5 公称ひずみ3%時点での, Cu-4wt.%Al試料の局所ひずみの頻度分布の厚さ依存性。

次に行ったすべての引張試験について, 局所ひずみの標準偏差と粒径/厚さ比(d/t)の関係を調べた。その結果を図6に示す。図から, d/t が大きくなるほど, 標準偏差も大きくなる傾向が見られた。一部傾向から外れた試料について, 粒径分布を調査したところ, 平均粒径が比較的小さい試料でも, 粗大粒と微細粒の両方を持つような分布の場合には標準偏差が大きくなる傾向が見られた。また, 平均粒径が大きな試料であっても, 粒の方位分布や粒界の配置によっては, 比較的均一に変形する場合があることが分かった。

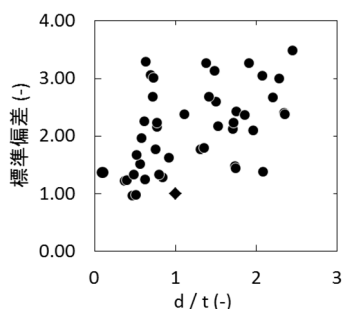


図6 粒径/厚さ比と公称ひずみ3%時点での局所ひずみの標準偏差の関係。

3・3 ひずみの不均一分布の決定因子

3.2節までで、ひずみの局所的な集中を、DIC法を用いて評価可能であることを示した。本節ではひずみが集中する粒の特徴について調査した結果を述べる。ひずみの集中を決める因子として、シュミット因子と粒径が考えられる。そこで、ひずみの集中の有無とこれら因子との関係を調査した。

図7に平均粒径が(a)0.59, (b)1.88 mmである試料の、(a-1), (b-1) 公称ひずみ1%時点での相当ひずみ分布, (a-2), (b-2) シュミット因子分布, (a-3), (b-3) 粒径分布を示す。(a)では粒径の大きな粒にひずみが集中しているが、そのシュミット因子は比較的小さいことが分かる。(b)の場合にはシュミット因子が大きな粒と、粒径の大きな粒が同一であり、その粒にひずみが集中している。相関関係をより詳細に調べるために、ひずみ集中を表すパラメータとして、公称ひずみ0.01時点での結晶粒毎の相当ひずみの平均値を採用し、シュミット因子、粒径との関係を調べた。相当ひずみの粒内平均値とシュミット因子の関係を図8に、粒径との関係を図9に示す。この結果から、ひずみが集中している粒は比較的小シュミット因子や粒径が大きい傾向があるものの、これらだけでは説明のつかない粒が多く存在することが分かる^{7,8)}。シュミット因子で説明がつかなかったことから、粒間の拘束によって変形が妨げられている可能性が考えられる。そこで、すべり線の観察を行った。

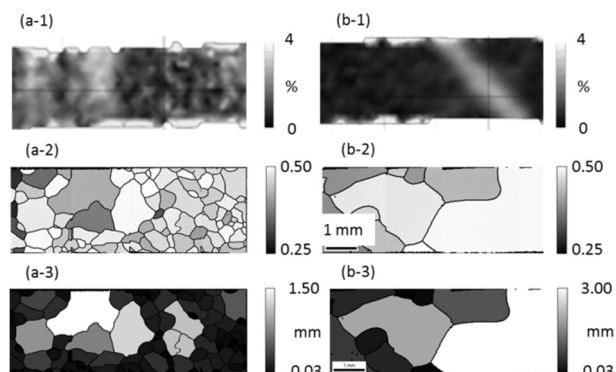


図7 平均粒径(a)0.59, (b)1.88 mmの試料の、(a-1), (b-1) 公称ひずみ1%時点での相当ひずみ分布, (a-2), (b-2) シュミット因子分布, (a-3), (b-3) 粒径分布。

3・4 結晶粒間の相互作用

図7(a)の試料を公称ひずみ5%まで引張試験を行った後、光学顕微鏡にて試料平行部の加工組織の観察を行った。この時観察された組織を図8に示す。この加工組織にて観察されたすべり線と引張方向とのなす角 α を測定し、各結晶粒のすべり系との整合性を調べた。同様の操作を図7(b)に示した試料に対しても行った。

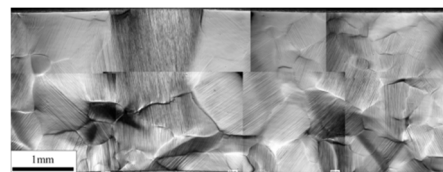


図8 図7(a)試料の加工後の光学顕微鏡像。

図9に、シュミット因子から予測される α と実際に観察された α の一致、不一致を粒毎に示す。図中黒の部分が一致しなかった粒、灰色の部分が一致した粒である。粒径の比較的小さな(a)の試料の場合には、一致率は50%ほどであるが、粒径の大きな(b)の試料の場合にはほぼ100%一致していた。そこで、(a)の試料について、粒間の拘束について調査した。

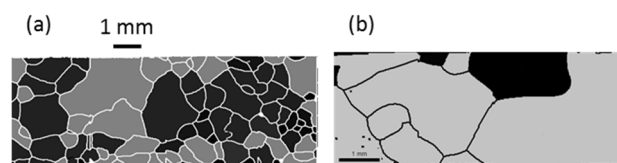


図9 シュミット因子から予想される α と実際に観察された α の一致、不一致の関係。黒色が不一致、灰色が一致を表す。(a), (b)は図7の(a), (b)に対応する。

粒間の拘束を表すパラメータとして、隣接粒の弾性ひずみをすべり面、すべり方向に分解したスカラー量の総和(総分解せん断ひずみ)^{9,10)} Δe_T を用いて、周囲の結晶粒の弾性的な拘束によって、シュミット因子が最大でないすべり系が活性化されるか否かを評価した。 Δe_T は次式で表される。

$$\Delta e_T = \sum_{i=1}^n (e_i^t - e_i^A) \quad (1)$$

ここで、Aが計算対象となる粒、nは粒Aの周囲の粒の数である。 e_i^t と e_i^A は次式で表される。

$$e_i^A = 2e_{xx}^A \cos \varphi_1 \cos \lambda_1 + 2e_{yy}^A \cos \varphi_2 \cos \lambda_2 + e_{xy}^A (\cos \varphi_2 \cos \lambda_1 + \cos \varphi_1 \cos \lambda_2) \quad (2)$$

$$e_i^t = 2e_{xx}^t \cos \varphi_1 \cos \lambda_1 + 2e_{yy}^t \cos \varphi_2 \cos \lambda_2 + e_{xy}^t (\cos \varphi_2 \cos \lambda_1 + \cos \varphi_1 \cos \lambda_2) \quad (3)$$

ここで、 φ_1, φ_2 は、粒界法線をz軸、表面の法線をx軸、z軸とx軸に直交する方向をy軸とした場合に、すべり面法線とx軸、y軸がなす角、 λ_1, λ_2 はすべり方向とx軸、y軸がなす角、 $e_{xx}^t, e_{xy}^t, e_{yy}^t$ は弾性ひずみ成分であり、今回は各粒に同じ応力がかかると仮定して計算した。

活動したすべり系に対する Δe_T の計算結果を図10に示

す。黒色が負の値、灰色が正の値を持つことを示している。図 9(a)と比較すると、シュミット因子が最大でないすべり系が働いている粒のほとんどでは Δe_T が正の値を取っていることが分かる。つまり、周りの粒との弾性的な相互作用によって、当該のすべり系が活性化された可能性が考えられる。K. Hashimoto らは多結晶体について調べ、 Δe_T では説明のつかない粒が多数存在することを述べている。しかしながら、通常多結晶体では奥行き方向に存在する粒による拘束が無視できないと考えられる。今回用いた二次元的な試料では、 Δe_T によって十分説明が可能であった。

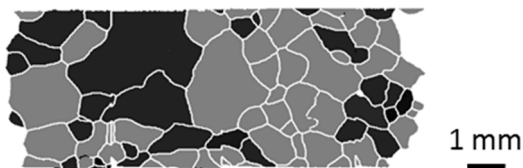


図 10 図 7(a)の試料に対する Δe_T の計算結果。黒色が負の値、灰色が正の値を持つことを示す。

最後に、すべり系の決定因子を明らかにするために、各結晶粒について、全すべり系のシュミット因子および Δe_T を降順に並べた際の、活動したすべり系の順位を調査した。その結果を、図 11 に示す。多くの粒で、活動したすべり系のシュミット因子が最も大きいことが分かる。また、活動したすべり系のシュミット因子が最も高くない場合の多くは、 Δe_T が相対的に大きいことが分かる。一部の粒では、シュミット因子と Δe_T のいずれも大きくないすべり系が活動しているが、これらの粒について、裏面をしらべたところ、裏面まで貫通していない場合や、裏面で周りの粒との関係が大きく変わっている場合がほとんどであった。以上から、隣接粒との弾性的な相互作用を表す Δe_T を用いて、活動したすべり系の説明が可能であったと言える⁹⁾。

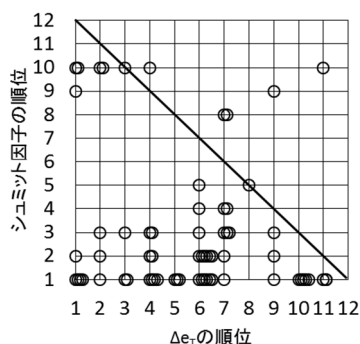


図 11 シュミット因子と Δe_T の、全すべり系の中での相対的な順位。

4. 結言

溶解 casting により粗大粒を持つ Cu-xAl ($x=0, 2, 4, 6$ wt. %) 少結晶板材を作製し、引張試験を行った。DIC 測定によって局所変形挙動を調査するとともに、変形後のすべり線の観察を行った結果、以下のことが明らかになった。

DIC による得られたひずみが大きい粒の GOS 値が大きくなっており、ひずみ分布解析として妥当であると考えられる。また、粒径や厚さの変化による、ひずみの不均一性スケール増大についても検出可能であった。

シュミット因子や粒径とひずみ分布を比較した結果、シュミット因子が高い粒や粒径の大きな粒に必ずしもひずみが集中しない。

すべり線の観察の結果、最大のシュミット因子を持つすべり系で説明が付く粒は全体の半数程度であり、一致率は試料を構成する粒の数が少なくなるにつれて増加する。

弾性的な拘束を考慮した場合に、シュミット因子が最大では無いすべり系の活性化のほとんどが説明可能であった。

謝 辞

本研究は、公益財団法人天田財団平成 28 年度奨励研究助成(交付番号: AF-2016041)により実施されました。ここに示して、同財団に感謝の意を表します。

参考文献

- 1) W. L. Chan et al., *Mater. Des.* **32** (2011) 3772.
- 2) U. Engel et al., *J. Mater. Process. Technol.*, **125-126** (2002) 35.
- 3) F. Delaire et al., *Acta Mater.*, **48** (2000) 1075.
- 4) Z. Zhao et al., *Int. J. Plast.*, **24** (2008) 2278.
- 5) 上島伸文ら、第 67 回塑性加工連合講演会講演論文集、(2016) 307-308.
- 6) 上島伸文ら、第 68 回塑性加工連合講演会講演論文集、(2017) 429-430.
- 7) 上島伸文ら、平成 30 年度塑性加工春季講演会講演論文集、(2018) 121-122.
- 8) N. Ueshima et al., *Proceedings of 19th World Congress on Materials Science and Engineering*, Conference Series LLC Ltd., (2018) 90-91.
- 9) K. Hashimoto and H. Margolin, *Acta Mater.*, **31** (1983) 773.
- 10) K. Hashimoto and H. Margolin, *Acta Mater.*, **31** (1983) 787.