SEM スケール応力-ひずみ曲線マッピング技術を用いた スプリングバックの微視的機構の解明

九州大学　材料工学部門
准教授　山﨑　重人
（2023 年度 奨励研究助成（若手研究者枠） AF-2023043-C2）

キーワード：応力-ひずみ曲線，走査電子顕微鏡，スプリングバック

１．研究の目的と背景

金属材料の加工精度に大きく影響する現象にスプリングバックがある。スプリングバックには見かけのヤング率や降伏応力、加工硬化率などの基礎的な力学特性値や、バウシンガー効果が関連することが知られており、材料力学的には「残留応力」をキーワードとして説明されることが多い。しかし、具体的にどのような微視的メカニズム（例えば転位下部組織の形成状態など）を通じてスプリングバックとこれらが関連しているかについては必ずしも明確ではない。したがって、スプリングバックの制御や予測を行う上では、この現象が生じる微視的機構を明らかにすることが重要である。とくに、結晶塑性有限要素計算などによってスプリングバック量を定量予測するためには、そのメカニズムと微細組織との対応を計算モデルに定量的に組み込む必要がある。

近年、著者らは、走査電子顕微鏡(SEM)観察のスケールで微視的かつ局所的な応力-ひずみ曲線をマップ状に取得する方法を開発した [1]。この手法では、高分解能後方散乱電子回折(HR-EBSD)法から応力を、SEM 像に対するデジタル画像相関(SEM-DIC)法からひずみを測定し、独立に測定されたそれらの微視的力学特性変数の二次元的な分布を統合（図 1）することで、DIC サブセットと呼ばれる微小領域ごとの応力-ひずみ情報を得ることができる。また、DIC サブセットには、EBSD 法で得られた結晶学的情報も格納されるため、結晶方位などの微細組織情報と微視・局所的な力学特性の関連性についても詳細に検討することが可能である。実際に、微細組織中の特定の結晶粒界の近傍にて加工硬化率が極めて高い値を示すことを観察している。これらの特性・現象はスプリングバックにも密接に関与していると考えられる。そこで、スプリングバックが問題となる金属材料に対してこの手法を適用すれば、前述の力学特性値の分布と微細組織および微視的な変形挙動との対応関係が明らかになり、スプリングバックやバウシンガー効果の起源となっている微視的機構を明らかにできると考えた。

そこで本研究では、著者が開発した SEM スケール応力-ひずみ曲線マッピング技術を用いて、微視・局所的な力学特性情報と微細組織との対応関係を明らかにすることを通じて、スプリングバックならびに、これと密接に関連した現象であるバウシンガー効果の起源となる微視的機構の解明を目的とした。

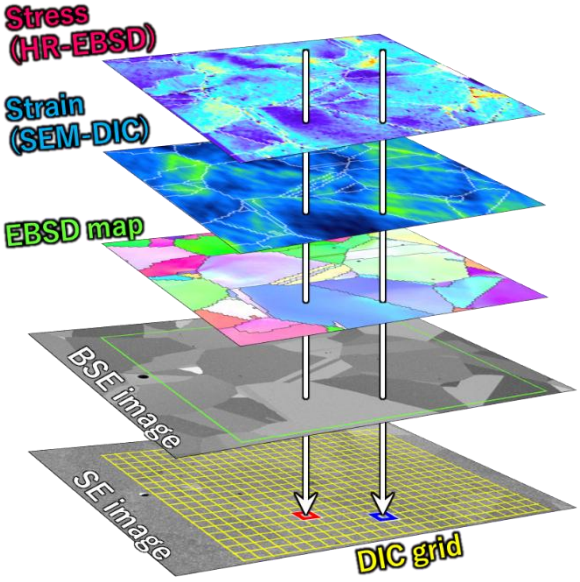


図 1　HR-EBSD 法による応力の二次元分布と SEM-DIC 法によるひずみの二次元分布の統合の概念図。応力-ひずみ情報に加えて、EBSD 測定から得られる結晶学的情報も各サブセットに割り当てられる。

２．実験方法

2・1　試料

試料には成形時のスプリングバックの発生が報告 [2-7] されている多結晶ニッケル基合金(Inconel X-750)とチタン合金(Ti-6Al-4V)を用いた。Inconel X-750 は 1000℃で 1 h の溶体化処理の後、700℃で 10 h 時効することで粒子径 50 nm 程度のγ’粒子を析出させた。Ti-6Al-4V は熱処理により等軸α粒組織の結晶粒界上にβ相が分布した組織とした。

2・2　力学試験

まず、両合金について通常のインストロン型引張試験機により巨視的な応力-ひずみ曲線を取得した。巨視的な引張試験で得られた両合金の応力-ひずみ曲線を図 2 に示す。次に、SEM 内でのその場引張試験を実施した。その場引張片の平行部は 7 mm × 1 mm × 約 0.3 mm である。試験片は湿式研磨の後、コロイダルシリカで仕上げた。研磨された表面に DIC 用のスペックルパターンとしてエタノール

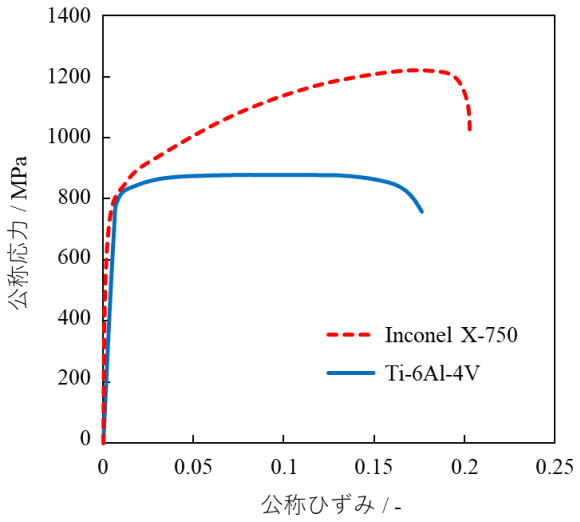


図 2　通常の引張試験で取得した Inconel X-750 と Ti-6Al-4V の巨視的な応力-ひずみ曲線。

懸濁した Ag ナノ粒子を塗布した。Ag ナノ粒子の平均粒子径は 30～50 nm である。SEM 内その場引張試験には自作の引張ステージを用いた。引張ステージに付属したロードセルで測定された荷重から計算した応力を基準として引張試験を中断した。試験片の変形は SEM チャンバー外で、手動でスクリューを回すことで行った。荷重が負荷された状態を維持したまま試験片を SEM に挿入して SEM 観察と HR-EBSD 測定を行った。これらの手順で、SEM 外での引張変形と SEM 観察および EBSD 測定を繰り返した。未変形段階を 0th ステップとして、Inconel X-750 では 11th ステップまでの 12 段階、Ti-6Al-4V では 5th ステップまでの 6 段階で測定を行った。

2・3　微視・局所的な力学特性評価

SEM には SU5000（日立ハイテクノロジーズ製）を、EBSD カメラには DigiView（TSL ソリューションズ社製）を使用した。EBSD カメラの解像度は 936 px × 936 px である。SEM 二次電子像は加速電圧 10 kV、解像度 2560 px × 1920 px、16 枚積算スキャンで取得した。観察倍率は Inconel X-750 では 2000 倍、Ti-6Al-4V では 1000 倍とした。取得された SEM 像ではそれぞれ 1 px が 24.8 nm と 49.6 nm に相当する。SEM-DIC 解析にはソフトウェア DIPP-Strain (DITECT Co. Ltd.) を用いた。サブセットサイズ 31 px × 31px、サブセット間隔 16 px とし、X 方向に 125、Y 方向に 100、合計 12500 個のサブセットが配置された。サブピクセル補間には線形補間法を採用した。

HR-EBSD 測定はステージを 70.0° 傾斜した上で加速電圧 25 kV で行った。Inconel X-750 では 50 μm × 40 μm の領域をステップサイズ 400 nm の条件で、Ti-6Al-4V では 100 μm × 80 μm の領域をステップサイズ 800 nm の条件で square grid での EBSD スキャンを行い、Binning 1 ×1 の菊池パターンを全測定点で保存した。HR-EBSD 法による弾性応力解析には CrossCourt4(BLGVantage)を使用した。材料の弾性定数にはソフトウェア中のニッケルまたはαチタンのプリセット値を使用した。それぞれニッケルは C11 = 248.1 GPa、C12 = 154.9 GPa、C44 = 124.2 GPa、αチタンは C11 = 186 GPa、C12 = 92 GPa、C13 = 69 GPa、C33 = 180.7 GPa 、C44 = 46.7 GPa である。なお、Ti-6Al-4V にはβ相も含まれるが、今回の測定では菊池パターンの品質が十分でなかったため、β相については HR-EBSD 法による応力解析は実施しなかった。ここで、通常の CrossCourt4 での解析では測定視野内の各結晶粒内から参照 EBSD パターンを選択し、参照パターンと同一結晶粒

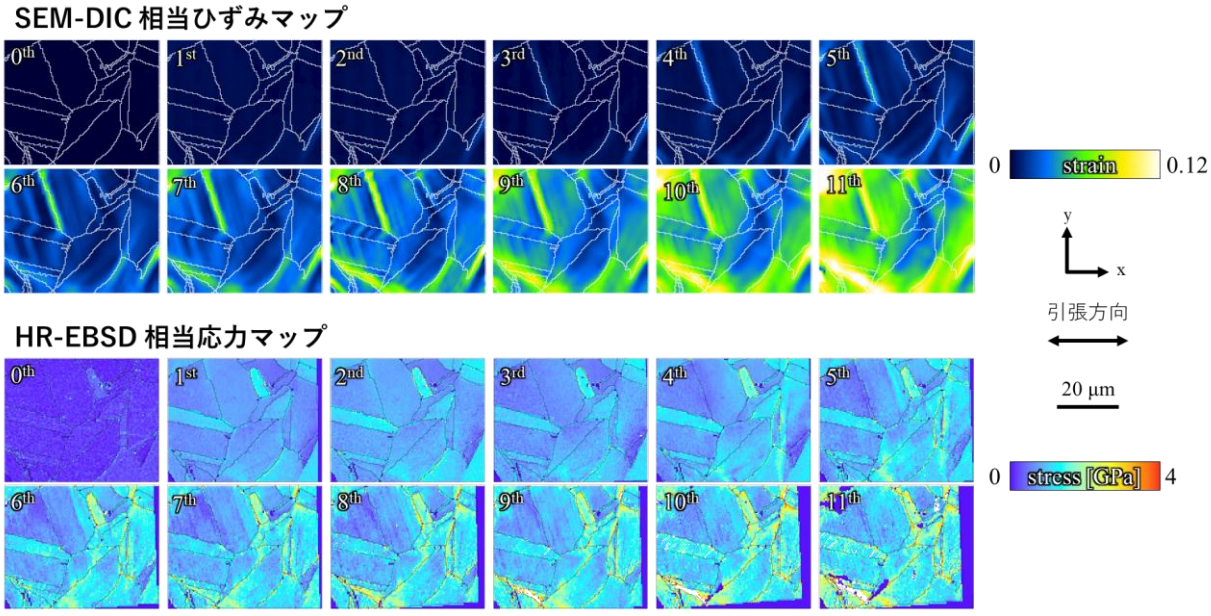


図 3　Inconel X-750 の SEM 内その場引張試験で測定されたひずみマップ（上）と応力マップ（下）。

内の各測定点での EBSD パターンとの相互相関を計算する。この方法では参照パターンが弾性ひずみを有する場合には正確な応力値を得ることはできない。そこで本研究では、各結晶粒内の 1 つの EBSD パターンを未変形状態で測定したパターンで置き代え、すべての変形ステップについて未変形材のパターンを参照としての解析を実施した。この解析方法を採用することにより、各変形ステップにおける応力の絶対値を評価した。また、解析にあたっては塑性変形による結晶回転や引張ステージ取り付け取り外しの繰り返しに伴う試料回転の影響を考慮して Remapping 法[8]を採用した。

3．実験結果と考察

3・1　応力-ひずみマップ

図 3 に Inconel X-750 の SEM 内その場引張試験で測定されたひずみマップと応力マップを示す。引張方向は紙面左右方向である。なお、これらのマップでは面内応力成分と面内ひずみ成分での相当応力・相当ひずみを表している。また、応力マップ、ひずみマップともに初期のサブセット位置に対して描画しているため、変形に伴う結晶粒の形状変化はこれらのマップには反映されていない。両マップから、変形が進行するにつれて応力、ひずみともに不均一に発達した。ただし、必ずしも応力とひずみの分布は対応しておらず、局所的に応力が上昇した部分でひずみも増大しているわけではないことがわかる。Ti-6Al-4V についても同様の傾向が認められた。

3・2　加工硬化率マップ

応力データとひずみデータをサブセット単位で統合することで各サブセットが応力-ひずみ曲線情報を持ったデータセットを作成した。これにより、各サブセットの位置における加工硬化率をマップとして表示することが可能となった。図 4 に Inconel X-750 の加工硬化率マップを示す。なお、加工硬化率は各サブセットの相当応力-相当ひずみ曲線において Inconel X-750 では 1st ステップから 9th ステップまでのプロットを線形近似することで求めた。一部の結晶粒では灰色のカラーコンターで示される加工硬化率が負の領域も認められた。一方、加工硬化率が数十 GPa という極めて高い値を示す領域も観察された。これらの領域での応力-ひずみ曲線を図 5 に示す。subset ID 2907 での応力-ひずみ曲線では 3rd ステップで応力降下が認められた。極めて高い加工硬化率が観測された subset ID 7203 での応力-ひずみ曲線では、弾性変形的な応力上昇が 5th ステップまで継続しており、6th 以降も応力が加工硬化を示している。これは、この領域において顕著に内部応力が高まっていることを意味しており、スプリングバックの起源として注目すべき事象である。

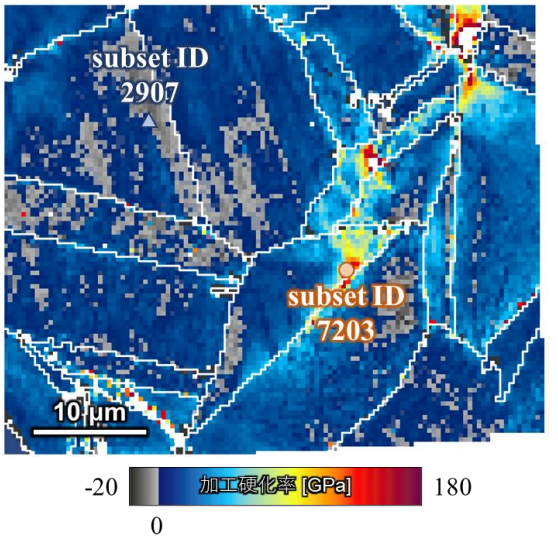


図 4　加工硬化率マップ。

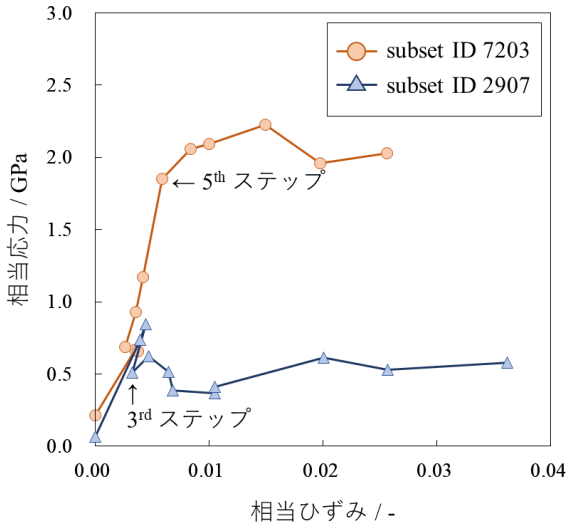


図 5　subset ID 7203 と subset ID 2907 の応力-ひずみ曲線。

3・3　加工硬化率上昇に関する考察

特に加工硬化率が上昇していた領域は結晶粒界の近傍に位置していた。この点に着目して加工硬化率が上昇していた粒界近傍の変形組織を詳細に観察した結果を図 6 に示す。Inconel X-750 では、すべり帯が粒界を貫通して隣接粒にまで伝播している部分と粒界ですべり帯が止められている部分が観察された。このうち、加工硬化率が上昇していた領域はすべり帯が止められていた粒界近傍に対応していた。粒界によってこのような違いが現れた要因には結晶粒をまたいだすべりの伝播のしやすさが関係していると考えられ、その指標として m’という値が知られている。m’値は 0 から 1 の間の値を取り、1 に近いほど粒界をまたいだすべりの伝播が容易となる。図 6 に示すよう

に、すべり帯が停止し、加工硬化率が上昇していた粒界のm’値は0.46と比較的低かった。このことから、Inconel X-750ではm’値の低い粒界近傍においてすべりが強く止められることによって加工硬化率の上昇、すなわち内部応力の局所集中が生じたと考えられ、この内部応力によるバックストレスが巨視的なスプリングバックの要因になっていることが示唆された。

また、本研究で用いたTi-6Al-4Vは、2.1節で述べたように、等軸α粒組織の結晶粒界上にβ相が分布した微細組織を有していた。図6からわかるように、Ti-6Al-4Vにおいては粒界上に存在するβ相によって、すべり帯の伝播が明確に止められている様子が観察された。α相（HCP構造）とβ相（BCC構造）ではすべり系が異なるため、両相の中でのすべり面、すべり方向が幾何学的に一致する確率は低く、これによって隣接α粒へのすべり帯の伝播が抑制されたと考えられる。Inconel X-750の場合と同様に、このすべり帯伝播抑制が内部応力上昇を招くことが、スプリングバックの発生に影響していると考えられる。

４．結言

スプリングバックの発生が報告されている多結晶ニッケル基合金とチタン合金について、微視・局所的な力学特性の評価からその要因について検討した結果、いずれの材料においても結晶粒界近傍に加工硬化率が顕著に上昇した領域が観察され、その部分はすべり帯が隣接粒へ伝播しにくい微細組織となっていることが明らかとなった。このような領域において内部応力が上昇することが巨視的なスプリングバックの発生に関与していることが示唆される。

謝　辞

本研究は公益財団法人天田財団 2023 年度 奨励研究助成（AF-2023043-C2)により実施されたものであり、ここに謝意を表する。

参考文献

1) S. Yamasaki, et al., Scripta Materialia, 235(2023), 115603.
2) D. Rai, et al., Materials Today Proceedings, 103(2024), 336.
3) L.P. Caro et al., International Journal of Material Forming, 14(2021), 1355.
4) B. Lin et al., The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 120(2022), 6435.
5) F. Li et al., Journal of Mechanical Science and Technology, 37(2023), 3691.
6) Y. Zong et al., The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 76(2015), 577.
7) H. Li et al., International Journal of Mechanical Sciences, 260(2023), 108646.
8) T.B. Britton, A.J. Wilkinson; Ultramicroscopy, 114 (2012), 82.

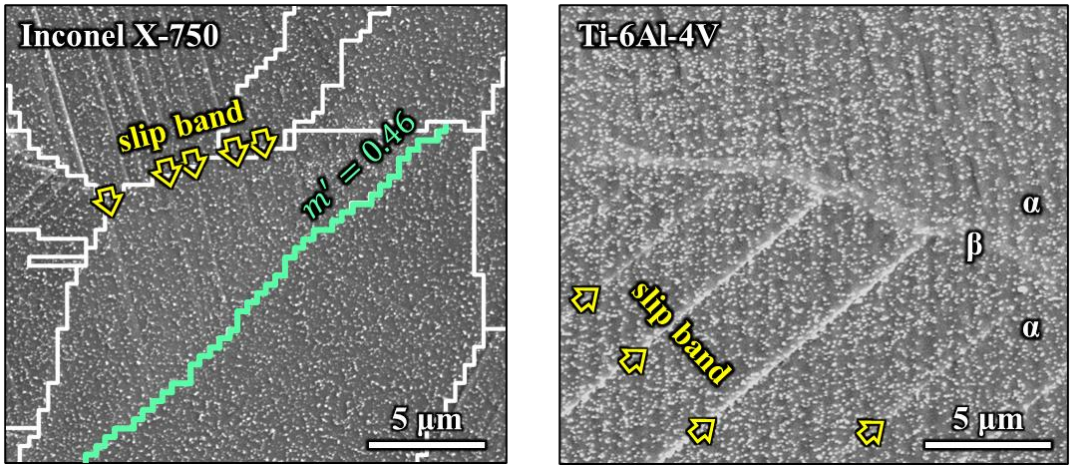


図6　Inconel X-750（左）とTi-6Al-4V（右）の粒界近傍のすべり帯。