多結晶金属材料の塑性変形挙動に及ぼす結晶粒界性格の影響の解明

東京科学大学　物質理工学院
助教　永島　涼太
（2023 年度 奨励研究助成（若手研究者枠） AF-2023045-C2）

キーワード：塑性変形，結晶粒界，粒界性格

１．研究の目的と背景

持続可能な社会の実現に向けて，自動車や航空機，建築用部材の軽量化によるエネルギー消費の低減が進められており，構造金属材料のさらなる高強度化が求められている．構造金属材料のほとんどは多数の結晶粒から構成される多結晶材料である．多結晶材料では，結晶粒径を微細化することで延性を損なわずに強度が向上する．この結晶粒微細化は，材料組成を変化させることなく高強度化が可能であるため，実用材料設計において重要な強化機構の一つである．

金属材料における塑性変形は，結晶中の一次元の欠陥である転位の運動によって生じる．転位は，結晶構造によって規定される特定の結晶面と特定の方向の組み合わせ，すなわちすべり系に沿ってのみ運動する．この転位の運動が塑性変形の素過程となる．単結晶材料（あるいは結晶粒内）における塑性変形挙動は，負荷応力とすべり系の幾何学的関係から算出される Schmid 因子によって評価され，この値が大きいほど，そのすべり系が活動しやすいことを意味する．

一方，多結晶材料（あるいは粒界近傍）では，各結晶粒が独立に変形をすることはできず，隣接粒との変形の適合性を満たしながら塑性変形が進行する必要があるため，結晶粒界は単なる転位運動の障害としてだけではなく，塑性変形の伝播経路を支配する重要な役割を担っている．そのため，多結晶材料の塑性変形機構を理解するためには，粒界を介した転位伝播の容易さを定量的に評価する必要がある．

ところが，単に結晶粒界といっても，二結晶間の相対的な結晶方位および粒界面の向きといった幾何学的に 5 つの独立なパラメータが存在し，これを粒界性格と呼ぶ．これらを系統的に変化させて粒界近傍の変形挙動を調査することは容易ではない．そこで，これらの粒界性格を縮約して，粒界での転位の伝播の容易度に寄与する幾何学的なパラメータを抽出する試みが行われてきた [1-5]．その中でも Luster と Morris は図 1 に示すように隣接する結晶粒のすべり系を I, j，すべり面法線方向およびすべり方向の単位ベクトルをそれぞれ e, g としたとき，幾何学的整合係数 m'を下記のように定義している．

$$m' = (e_i \cdot e_j)(g_i \cdot g_j)$$

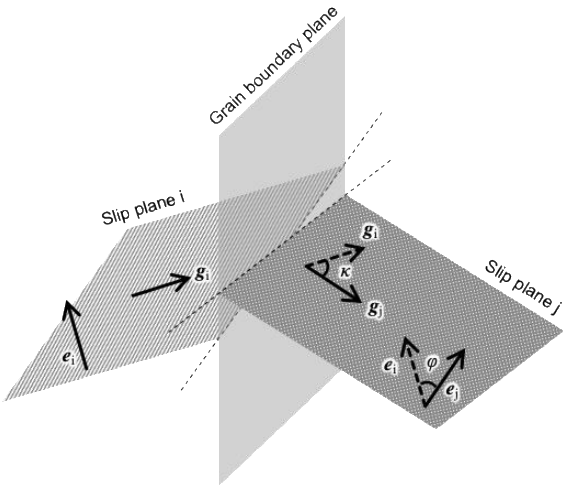


図 1　粒界を挟む二つの結晶粒におけるすべり系の幾何の模式図．

あるいは，すべり面法線方向同士のなす角およびすべり方向同士のなす角をそれぞれ φ および κ とすると，

$$m' = \cos\varphi \cdot \cos\kappa$$

と表される．m'は 0 から 1 までの値を取り，1 に近いほど隣接粒間ですべり系の幾何学的整合性が高く，転位が粒界を越えて伝播しやすいことを意味する．粒界面法線方向は，二次元的な表面観察だけでは得られないのに対し，すべり面法線方向やすべり方向は，結晶方位がわかれば，表面でのすべり線のトレース観察や Schmid 因子の計算を組み合わせることによって実験的に同定可能である．

双結晶試験片では，単一の粒界に対して，粒界性格と転位の伝播挙動を検討することが可能だが，複数の粒界性格を有する試験片を用意するのは容易ではない．そこで本研究では，一方向凝固により得られる柱状晶を用いて，複数の同一粒界性格を有する複数の試験片を用意し，異なる試験条件での塑性変形に及ぼす結晶界面性格の影響を系統的に調査し，粒界近傍の塑性変形挙動に及ぼす粒界性格の影響を解明することを目的とする．さらに，粒界性格の影響を低減するため，粒界を母相よりも硬質な第二相で被覆した試験片に対しても同条件で試験を行った．

２．実験方法

２・１　供試合金の作製

供試合金は，砂型鋳造法を用いて，凝固方向および凝固速度を制御して溶製した $180 \times 50 \times 50\ \mathrm{mm^3}$ の Ni–41mass% Cr 合金である．Ni–Cr 二元系状態図に基づき，大気中で 1573 K で 21.6 ks の溶体化熱処理を施したのち，水冷し，γ–Ni 相単相組織を得た（溶体化材，ST）．その後，平行部体積 $50^l \times 10^w \times 2.0^t$ mm の複数の試験片を切り出した．このとき，凝固時の結晶粒の成長方向と試験片厚さ方向(Normal direction: ND)が平行となるようにした．さらに，それらの試験片の一部に対して，α–Cr 相の粒界析出を目的として，Ar 雰囲気中で 1223 K で 172.8 ks の時効処理を施した（時効材， AT）．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．

２・２　機械試験

引張試験機には高温槽を備え付けたオートグラフ精密万能試験機（AG–100KNG/RX, TCH–220PSP：株式会社島津製作所）を用いた．298 K にてひずみ速度 $1.0 \times 10^{-4}\ \mathrm{s^{-1}}$ で引張試験を実施した．試験片平行部表面に黒および白色のスプレーを用いてランダムパターンを塗布することによって，平行部全体のひずみおよび平行部でのひずみの空間分布をデジタル画像相関(Digital image correlation: DIC)法によって取得した．

２・３　組織解析

結晶粒界分布観察のため，マーブル腐食液 ($Cu_2SO_45H_2O$:HCl:H_2O=10 g:50 ml:50 ml)にて室温で 86.4 ks 試験片を腐食し，その表面を観察した．結晶方位解析には電子後方散乱回折(Electron back scattered diffraction: EBSD)検出器を搭載した電界放出形走査電子顕微鏡を用いた．

第二相が粒界を被覆している割合（粒界被覆率 ρ）は，粒界長さ L_{GB} の粒界上に析出した n 個の第二相の長さ L_α を用いて下記で定義した．

$$\rho = \frac{1}{L_{\mathrm{GB}}} \sum_{i}^{n} L_{\alpha,\, i}$$

KAM(kernel average misorientation)値は，測定点 i における結晶方位と，その近傍に位置する N 個の測定点との方位差の平均として，以下のように定義する．

$$\mathrm{KAM}_i = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^{N} \Delta\theta_{ij}$$

ただし，KAM_i は測定点 i における KAM 値，N は測定点 i からの近接ピクセル数，$\Delta\theta_{i,j}$ は測定点 i, j 間の方位差である．

３．実験成果

図 2 にエッチング後の ND 面および WD 面の組織観察結果を示す．ND 面では粒径約 1 mm の等粒状組織が認められる．一方，WD 面では粒界面のトレースが ND 方向にほぼ平行である．つまり，ND 面と粒界面がほぼ垂直(edge–on)となっているため，ND 面で観察される結晶粒一つ一つのコントラストの分布が複数の試験片でほぼ同一となっている．これによって，結晶粒の粒界分布がほぼ同一となる複数の試験片を作製することに成功したと言える．

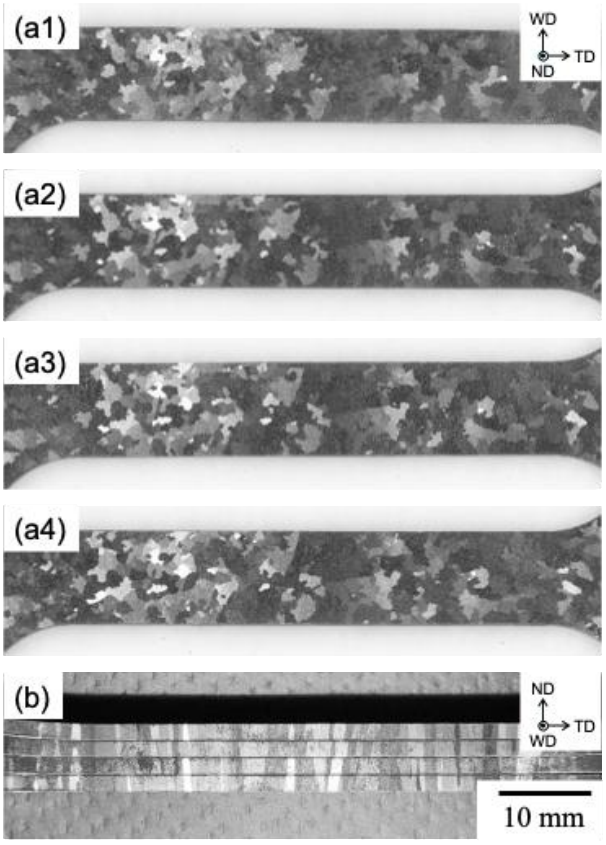


図 2　試験片表面の外観写真．

図 3 に溶体化材および時効材の反射電子像を示す．溶体化材ではγ相単相である．一方，時効材では，幅約 1 μm のα相が粒界に沿って析出している．このときのα相が粒界を被覆している割合（粒界被覆率）は約 72%である．一部のα相は粒内にも析出しているが，溶体化材と時効材

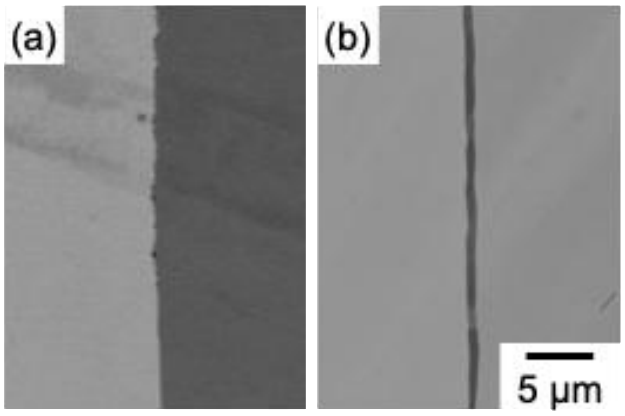


図 3　Ni–41Cr 合金の(a)溶体化材および(b)時効材の反射電子像．

の粒内の平均のビッカース硬さはいずれも 145 H_v 程度であり，粒内析出物は機械的特性にはほとんど寄与しない．

図 4 に溶体化材と時効材の真応力–真ひずみ曲線および真ひずみ–加工硬化曲線を示す．0.2%耐力 $\sigma_{0.2\%}$はいずれも約 190 MPa である．一方，加工硬化率は，溶体化材と時効材でそれぞれ 500 MPa および 680 MPa である．すなわち，粒界析出物は降伏応力よりも，加工硬化率の増加に寄与する．

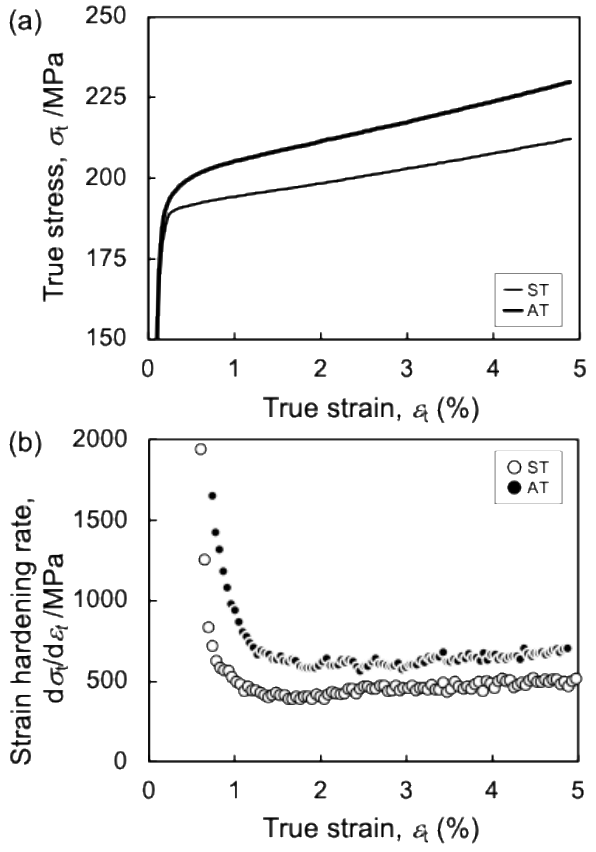


図4　Ni–41Cr 合金の(a)応力ひずみ曲線および(b)加工硬化率曲線．

図 5 に DIC によって解析した試験片平行部の引張軸方向の垂直ひずみ分布を示す．溶体化材および時効材ともにほぼ同一の部分でひずみが集中している．これは，各試験片においてほぼ同様に分布している各結晶粒のうち，最大 Schmid 因子が大きな粒が優先的に変形したと推察される．本研究における DIC のサブセットサイズおよび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)であり，粒内と粒界近傍での変形挙動を捉えることはできなかった．

そこで，ミクロな組織観察のため，ほぼ同一の粒界性格を有する粒界に対して EBSD 解析を行なった結果を図 6 に示す．溶体化材および時効材ともに，粒界から数 μm の領域で KAM 値が増加する．また，KAM 値の高い領域は，粒界に対して平行ではなく，波型に分布しており，特定の方向に沿って粒内まで伸長する．この方向は，すべり系である 4 つの結晶学的に等価な$\{111\}_\gamma$のうち，最も Schmid 因子が高いすべり系のトレースに対応する．時効材では，粒界に加えて，粒界析出物の近傍で KAM が高い領域が認められ，粒界よりも粒界析出物近傍での KAM 値の増加量が高く，かつ，高 KAM 値の領域が広く分布している．

この粒界近傍での局所的な変形の集中について，Luster と Morris らが提案している m'を用いて整理することを試みた．

図 6 に粒界から 2 μm までの領域における平均の KAM 値を幾何学的整合係数 m'で整理した結果を示す．溶体化材の KAM 値は m'の増加に伴い緩やかに減少する．これはすべり系の幾何学的整合性が高いほど，粒界近傍の不均一変形が抑制され，粒界を越えた塑性変形の伝播が促進されることを示唆している．一方で，時効材においても同様の傾向が認められるが，溶体化材と比較して時効材の平均 KAM 値は，いずれの m'においても約 2 倍大きい．これは，母相より硬質なα相が粒界近傍の転位運動に対する障壁として作用し，塑性変形の伝播を抑制していると推察される．なお，硬質なα相を有する時効材においても，粒界近傍の KAM 値と m'の負の相関が残存する要因としては，粒界被覆率が不十分であったことに加え，母相とα相との結晶方位関係や局所的な界面形態の影響が考えられる．これらの寄与の切り分けは今後の課題とする．

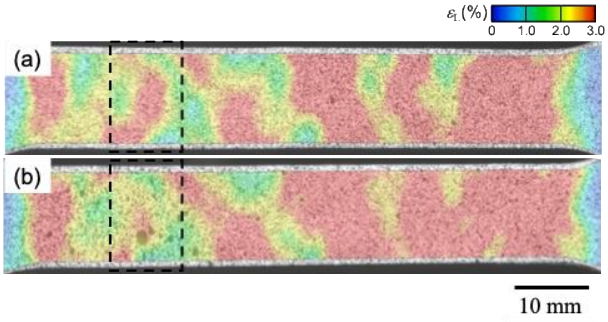


図 5　298 K における Ni–41Cr 合金の(a)溶体化材および(b)時効材の局所ひずみ分布．

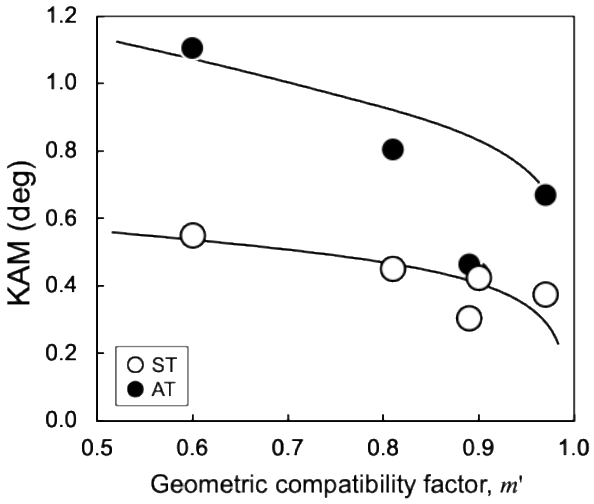


図 6　幾何学的整合係数 m'と粒界近傍の KAM 値の関係．

以上の結果より, 粒界近傍での塑性変形はすべり系の幾何学的な整合性によって整理できる可能性が示された.

謝　辞

試験片の加工に際して，東京科学大学リサーチインフラ・マネジメント機構コアファシリティセンター工作部門にご協力いただきました.

本研究の実施にあたり公益財団法人天田財団より奨励研究助成(AF-2023045-C2)を賜りました．ここに深く感謝申し上げます.

参考文献

1） D.Livingston and B.Chalmers: *Acta Metall.* **5** (1957) 322.

2） Z. Shen, R.H. Wagoner, W.A.T. Clark: *Scr. Matall.* **20** (1986) 921.

3） Z. Shen, R.H. Wagoner, W.A.T. Clark: *Acta Metall.* **36** (1988) 3231.

4） T.C. Lee, I.M. Robertson, H.K. Birnbaum, *Acta Metall Mater.* **40** (1992) 2569.

5） J. Luster and J.M. Morris: *Metall. Mat. Trans. A* **26** (1995) 1745.