

科学研究費助成事業（基盤研究（S））公表用資料
〔平成31年度（2019年度）研究進捗評価用〕

平成28年度採択分
平成31年3月19日現在

「第二世代」粒界工学へのブレイクスルーのための学術基盤の強化
Breakthrough toward “second-generation” grain boundary engineering

課題番号：16H06366

連川 貞弘 (TSUREKAWA, SADAHIRO)

熊本大学・大学院先端科学研究部（工）・教授



研究の概要（4行以内）

「第二世代」粒界工学へのブレイクスルーを図るための学術基盤の強化を目的として、(1) 方位制御した「双結晶」を用いて、ナノスケールでの局所力学特性評価と電子顕微鏡内その場観察・解析技術を活用した実験手法により塑性変形に対する粒界の役割に関する理解の深化を図るとともに、(2) 積層欠陥エネルギーの高い材料に対する粒界制御方法の指導原理を確立する。

研究分野：材料工学，材料加工・組織制御工学

キーワード：結晶・組織制御，粒界，転位

1. 研究開始当初の背景

多結晶材料の力学特性および機能特性は、結晶粒界の存在に著しく影響される。粒界構造と粒界物性に関する基礎的研究の成果を基に、1980年代初頭に東北大学・渡邊忠雄教授が世界に先駆けて提案した『粒界工学』の概念は、現在では世界に広く受け入れられている。1990年代半ばには、積層欠陥エネルギーの低いNi基合金やオーステナイト系材料に対して、焼鈍双晶の形成を利用して対応粒界頻度を80%程度まで高める材料プロセスが開発され、対応粒界頻度を高めることにより耐クリープ性や耐腐食性が著しく向上することが実証されてきた。このように、「第一世代」の粒界工学は一定の成功を納めている。しかしながら、現状では、粒界制御が可能な材料が積層欠陥エネルギーの低い材料に限られていることや、粒界設計の精密化のためには、粒界現象の理解の深化が必要となっているなど、解決すべき問題や課題がある。

2. 研究の目的

本研究では、「第二世代」粒界工学へのブレイクスルーを図るための学術基盤の強化を目的として、次の課題に取り組む。

(1) 粒界現象理解の深化による粒界工学の学術基盤の強化

- 粒界近傍における局所力学特性の理解に基づくHall-Petch則の理解
- 強加工により導入される非平衡粒界の構造と力学物性

(2) 粒界制御プロセスの新指導原理の確立

- 積層欠陥エネルギーの高い材料に対する粒界制御法の指導原理の確立
- 多結晶材料における粒界微細組織の統計的評価方法の精密化

3. 研究の方法

課題(1)では、粒界の幾何学関係を系統的に制御した双結晶試料を用いて、① ナノインデンテーション法による粒界近傍における局所力学特性を評価するとともに、TEM内その場変形測定法による転位挙動と力学応答との関係を明らかにする。② 非平衡粒界の構造と力学特性の特徴を明らかにする。

課題(2)では、①積層欠陥エネルギーの高い材料に対する新しい粒界制御方法の指導原理を確立する。②パーコレーション理論やフラクタル理論を取り入れた粒界微細組織の定量評価の精密化を行う。

4. これまでの成果

粒界現象理解の深化による粒界工学の学術基盤の強化

(1) Al双結晶を用いた粒界局所力学特性の解明：相対方位差の異なる<001>小傾角粒界および粒界面方位の異なるΣ3対称傾角粒界についてナノインデンテーション試験を行い、塑性変形の開始および隣接粒への伝播挙動と粒界性格・構造との関連を検討した。<001>小傾角粒界においては、低荷重域で現れるfirst pop-inに加え、高荷重域においてsecond

pop-inが観察され、相対方位差が大きくなるとともに2nd pop-in荷重が高くなることを見出された。この結果は、塑性変形の伝播抵抗が相対方位差に依存して大きくなることを示しており、粒内転位が隣接粒に伝播する際に必然的に形成される残留転位の自己エネルギーの大きさによって説明できる。一方、粒界面方位が(110), (112)および(111)のΣ3粒界についてIndentation Schmid Factor (ISF)を用いてfirst pop-in発生時に{111}<110>すべり系に作用する最大せん断応力 τ_{max} を算出したところ、粒界においては粒内に比べ τ_{max} が40%程度低くなることを見出された。このことは、粒界が有効な転位源となることを示している。さらに τ_{max} の値は粒界面方位に依存して(110)Σ3 < (112)Σ3 < (111)Σ3の順番で大きくなることを見出され、粒界転位源活性化のための臨界応力は粒界面方位にも依存することが明らかとなった。

(2) TEM内その場変形測定法を用いた転位-粒界相互作用にともなう力学応答の観察：ランダム粒界およびΣ3粒界を有するAl双結晶ピラーのTEM内その場圧縮変形によって転位運動に対応する力学応答の計測に成功した(図1)。応力-ひずみ曲線において弾性域とみられる低応力域においても、主にピラー表面が転位源として作用し転位が発生・増殖すること、粒界に堆積した転位群の応力集中により、隣接粒への多数の転位の伝播、あるいは粒界からの転位の生成に対応して、応力-ひずみ曲線にマクロ的な降伏現象が現れることが明らかとなった。さらに、圧縮変形の進行とともに粒界すべりが生じる現象が観察された。これは粒界に吸収された粒内転位が粒界転位に分解され粒界面上をすべり運動した結果であると推察される。このような粒界すべりは、ランダム粒界方がΣ3粒界よりも顕著に生じることも明らかとなった。

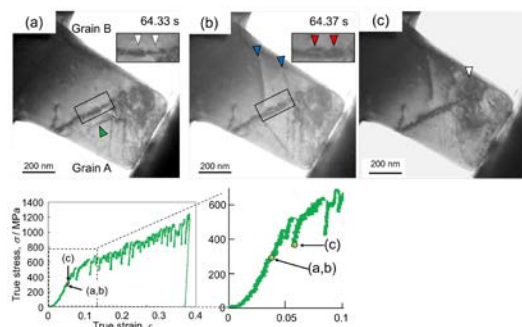


図1 Al双結晶のTEM内その場変形法による粒界-転位相互作用にともなう力学応答計測

粒界制御プロセスの新指導原理の確立

(1)粒界空間幾何学的分布のフラクタルに基づく評価と粒界腐食の制御：種々の加工熱処理条件において作製したオーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 試験片において、対応粒界の存在頻度がほぼ同じで、ランダム粒界の空間

幾何学的分布のフラクタル次元が異なる試験片について硫酸-硫酸第二鉄腐食試験による質量減少率を比較した結果、対応粒界の存在頻度が同程度であっても、ランダム粒界の空間幾何学的分布のフラクタル次元が低い試験片において質量減少率が低くなること明らかとなった。従来の粒界工学で主に制御されてきた粒界性格分布に加え、フラクタル解析により定量化した粒界空間幾何学的分布の制御は、粒界腐食制御の精密化に対して有効であることが示された。

5. 今後の計画

研究計画調書に記載の下記研究を予定通り実施する。

- 結晶異方性の高い六方晶金属(Zn,Mg)双結晶における粒界-転位反応の素過程の解明
- 粒界局所力学特性に及ぼす粒界偏析の影響
- ナノインデンテーション試験との共通試料を用いた TEM その場変形解析
- 粒界弾性率の評価
- 非平衡粒界の構造的特徴と力学特性評価
- バルク多結晶試料の Hall-Petch の関係に及ぼす粒界性格分布の影響
- 低角粒界導入型および粒界面制御型粒界工学の検討
- フラクタル解析を取り入れた粒界微細組織の定量評価の精密化

6. これまでの発表論文等(受賞等も含む)

- S. Kobayashi, S. Ogou, S. Tsurekawa, Grain boundary engineering for control of fatigue fracture in 316L austenitic stainless steel, Mater. Trans., advanced online publication, (2019).
- K. E. Aifantis, H. Deng, H. Shibata, S. Tsurekawa, P. Lejček, S. A. Hackney, Interpreting slip transmission through mechanically induced interface energies: a Fe-3%Si case study, J. Mater. Sci., **54**, 1831-1843, (2019).
- Y. Tokuda, S. Tsurekawa, D. A. Molodov, Local mechanical properties in the vicinity of (110)Σ3/[111] symmetric tilt grain boundary in aluminum bicrystal, Mater. Sci. Eng. A, **716**, 37-41, (2018).
- K. Nakano, K. Hayashi, K. Takeda, S. Ii, T. Ohmura, Effect of Grain Boundary on the Plastic Deformation in Fe-C alloys, Proc. 5th Intern. Symp. on Steel Science - ISSS 2017, 査読有, 219-222, (2018).
- S. Kobayashi, S. Tsurekawa, T. Watanabe, A new approach to grain boundary engineering for nanocrystalline materials, J. Nanotech., **7**, 1829-1849, (2016).

7. ホームページ等

<http://www.msre.kumamoto-u.ac.jp/~mice/>