

令和 3 年 8 月 23 日現在

機関番号：15301

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2018～2020

課題番号：18H01337

研究課題名(和文)多結晶金属材料の弾性表面高度分布変化に基づく塑性不均一変形の拡大と破壊の予測

研究課題名(英文) Prediction of Development of Inhomogeneous Plastic Deformation and Fracture Based on Change in Elastic Height Distribution in Polycrystalline Metals

研究代表者

多田 直哉 (Tada, Naoya)

岡山大学・自然科学研究科・教授

研究者番号：70243053

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 13,800,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、多結晶純チタンの平板試験片および薄膜試験片の引張試験を実施し、弾性条件下における微視的不均一変形とその後の塑性条件下における不均一変形について検討した。特に内部結晶粒の影響が少ない薄膜試験片の変形に着目して検討を行った。その結果、結晶粒中心部の高度変化と粒界近傍の高度変化が強く関連していること、弾性変形下と塑性変形下において表面と裏面の高度分布の相関に変化が生じること、切欠き周辺のすべり線の発生はすべり活動度で予測できること等を明らかにした。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究では純チタンの微視的不均一変形を変形初期に相当する弾性状態から塑性状態まで詳細に観察・測定し、弾性不均一変形と塑性不均一変形の関係等を明らかにした。本材料では、塑性不均一変形が主としてすべりによって生じるが、切欠き材のような応力集中部が存在する場合を含め、すべり線の発生を予測する手法を提案した。すべりの発生予測や弾性不均一変形と塑性不均一変形の関係は、材料の破壊と深く関連するため、各種構造材料の破壊防止に有用であると考えられる。

研究成果の概要(英文)：Tensile tests were carried out using plate and thin sheet specimens of polycrystalline pure titanium. Microscopic inhomogeneous deformations under elastic and plastic conditions were discussed focusing on the deformation of thin sheet specimens where the effect of interior crystal grains was weak. The following results were obtained. Height changes at the center of grains were correlated with those near the grain boundaries. Correlation between the height changes on the front and back surfaces changed when the deformation changed from elastic to plastic. The initiation of slip lines near the notch could be predicted by slip activity.

研究分野：固体力学

キーワード：弾性不均一変形 塑性不均一変形 表面高度分布 多結晶金属材料 表面あれ

1. 研究開始当初の背景

多結晶金属材料は、弾性および塑性異方性を有する多数の結晶粒で構成されるため、均一な応力を与えても変形は不均一となる。この不均一変形が静的負荷や疲労において破壊のきっかけとなるため、国内のみならず海外でも精力的に研究が行われてきた。現在の主流となっている手法は、走査型電子顕微鏡 (SEM) と EBSD 法 (電子線後方散乱回折法) を用いるものであり、試験片表面の結晶粒に関して、寸法や形状、結晶方位等を測定し、その変化から不均一な塑性変形が発生・拡大するメカニズムを検討するものである。

多結晶金属において、その不均一変形の発生・拡大の予測が困難な理由は、内部結晶粒に関する正確な情報の入手が困難なことである。中性子等を用いて集合組織として内部結晶粒の情報を得ることは可能であるが、結晶粒個々の寸法・形状や方位を正確に測定することは困難である。その一方で、内部結晶粒の変形が表面結晶粒の変形に大きな影響を与えることは、すでに多数の先行研究で明らかになっている。したがって、不均一変形の予測には、内部結晶粒の情報を必要としない新たな手法の開発が必要となっている。

2. 研究の目的

本研究では、これまでの一連の研究で得られた多結晶金属に関する弾性不均一高度分布と塑性不均一高度分布の強い相関性に関して、そのメカニズムを解明し、同相関性が不均一変形に起因する局所変形や破壊の予測に展開できるか否かについて、実験と解析により明らかにする。特に本研究では、内部結晶粒の影響が少ない薄膜試験片を用いて検討を進めた。

3. 研究の方法

(1) 純チタン薄膜試験片の引張試験

純度 99.5 [wt%]、厚さ 0.1 [mm] の工業用純チタン箔材からワイヤーカット放電加工で幅 3 [mm] の平行部を有する試験片を切り出した。その後、焼鈍、電解研磨、化学腐食を行い、最終的な試験片厚さは 38.2 [μm] となった。

引張試験には引張・圧縮小型材料試験機 ((株)井元製作所 IMC-90F1 型) を用い、DHM (スイス Lycee Tec 社、反射型 DHM R1100) のステージ上で試験を実施した。試験片の表面と裏面には約 500 [μm] 四方の観察領域を平行部中央に設定し、その中に存在する 11 の結晶粒に着目して変形等の観察、測定を行った。対象結晶粒の中央には、正方形の高度評価領域 (37.69×37.69 [μm] (51×51 pixels) を設け、さらに、隣接する 2 つの粒界三重点の中心付近の粒界上には小さな正方形の高度評価領域 (8.13×8.13 [μm] (11×11 pixels) を設けた。なお、引張負荷に伴う試験片の反りの影響を小さくするため、各荷重段階において評価対象となる結晶粒の高度のみを抽出し、その高度の総和が 0 となるように高度を基準化した。

(2) 切欠きを有する純チタン薄膜試験片の引張試験

純度 99.5 [wt%]、厚さ 0.1 [mm] の工業用純チタン薄膜を供試材とし、ワイヤーカット放電加工によって両側切欠き試験片に切り出した。残留応力除去および結晶粒径調整のための真空焼鈍と、結晶粒界を明瞭にするため電解研磨と化学腐食を施した。また、観察領域として、各試験片の切欠き周辺に 3 つの領域を設定し、各領域に含まれる結晶粒の方位を電子後方散乱回折

(Electron Backscatter Diffraction; EBSD) 法によって測定した。定格容量 2 [kN] の引張圧縮小型材料試験機 ((株)井元製作所 IMC-90F1 型) を用いて、引張試験を実施した。観察領域内の大多数の結晶粒にすべり線が観察できるまで、試験片長手方向に引張変形を付与した。本研究では、各結晶粒のすべり変形と対応づけるパラメーターとして、シュミット因子 (Schmidt factor; SF)、それを CRSS で除した修正シュミット因子 (Modified Schmidt factor; MSF)、さらに切欠きによる巨視的な応力分布を考慮したすべり活動度 (Slip activity; SA) を用いた。以下に具体的な方法を説明する。まず、評価対象となる結晶粒を一つ選択し、その結晶粒で想定される底面、柱面、錐面の各すべり系に関して等のパラメーターを算出する。パラメーターが最大値を示したすべり系を各パラメーターにおける推定すべり系とする。次に、推定すべり系から試験片表面におけるすべり線角度 $\theta_{\text{SL-E}}$ を求め、それを引張試験後の実試験片表面から得られる同角度 θ_{SL} と比較し、それらの差が ± 5 [deg] 以内であれば、そのパラメーターによって結晶粒のすべり変形が予測されたと見なす。以上の計算を評価対象となるすべての結晶粒に関して実施し、予測結果について検討した。

(3) 繰返し引張後の微視的残留応力とすべり線の関係

純度 99.5 [wt.%]、厚さ 1 [mm] の工業用純チタン板からワイヤーカット放電加工で試験片を切り出し、焼鈍、電解研磨、化学腐食を行って引張試験に供した。負荷と除荷を繰り返しながら引張試験を実施し、各ステップの除荷後に走査型電子顕微鏡 ((株)日立製作所、N-3500 型) および後方散乱電子回折装置 ((株) TSL ソリューションズ製、EBSP-OIM6.0) を用いて EBSP パターンを取得し、その変化から Wilkinson 法を用いてひずみ分布を取得した。用いた弾性ひずみ解析ソフトウェアは CrossCourt4 (BLG Production 社製) である。

最大せん断ひずみ γ_{max} および最大せん断ひずみ面角度 α [deg] は、弾性ひずみソフトウェアより求められた垂直およびせん断ひずみ成分より求めた。なお、最大せん断ひずみ面は互いに直交する二つの面となるが、本研究では、実験結果のすべり線角度に近い方を採用した。

(4) 純チタン薄板の微視的不均一変形に関する結晶塑性有限要素解析

引張変形に伴う純チタン薄板の表面あれの発達に及ぼす不均一変形の影響について結晶塑性有限要素法 (CPFEM) を用いて検討した. Kalidindi によって提案された商用汎用有限要素法に導入可能な完全陰解型の定式化を使用し, 実際の純チタン結晶粒組織の画像を参考に疑似三次元多結晶モデルを作成して有限要素解析を行った. 有限要素総数は 3519, 総節点数は 7226 とし, 使用要素は 8 節点 6 面体ソリッド完全積分要素である.

平面ひずみ引張変形を模擬するため, 本解析では, モデルの平面外変位を拘束するとともに, 左面を固定し, 右面を一定の変位速度で変形させた.

4. 研究成果

(1) 純チタン薄膜試験片の引張試験

試験片表面における平均高度増分の変化を測定すると, 結晶粒中心部と粒界部のいずれにおいても, 0th から 4th step の弾性域における高度変化と比較して, 5th から 10th step の塑性域における高度変化が大きかった. また, 結晶粒中心部と粒界部の高度変化の大小関係に着目すると, 結晶粒中心部で大きな増加を示す結晶粒は, 粒界部においても大きな増加を示し, 逆に, 中心部で大きな減少を示す結晶粒は, 粒界部においても大きく減少していた. これは, 結晶粒中心部の高度変化が粒界部の高度変化と深く関連していることを示している.

次に, 同一結晶粒に関して表面と裏面から測定された高度変化の関係について検討するため, 相互相関係数 R_c を導入した. R_c の値は -1 から 1 までの値を取り, R_c の値が 1 に近いほど表面と裏面の高度変化が強い相関を有することを示す. 逆に, R_c の値が -1 に近いと, 両者が逆の相関を有することになる. 実際に得られた結果を図 1 に示す. 0th から 4th step の弾性域では比較的相互相関係数が広くほぼ均等に分布していたが, 5th 以降の塑性域に入るとその分布が二分するとともに, R_c が -1 に近い結晶粒が増加していた. これは, 塑性域に入ると試験片の表面と裏面において, 結晶粒の高度変化が逆になることを意味しており, 厚い試験片では見られない薄膜特有の現象であると考えられる.

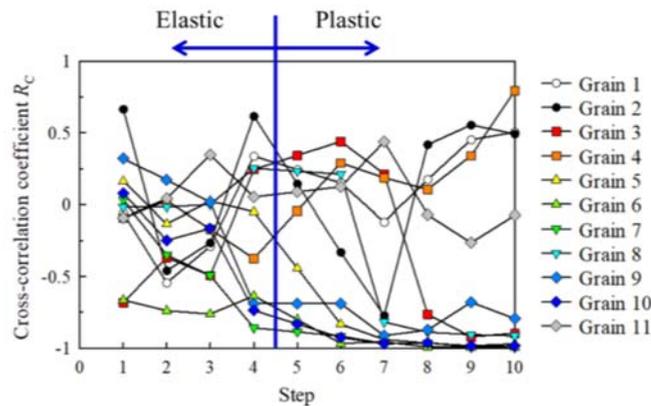


図 1 引張試験における相互相関係数の変化

(2) 切欠きを有する純チタン薄膜試験片の引張試験

図 2 に示すように, 単純な SF による予測では, 半円切欠き試験片で約 40%, 半楕円切欠き試験片で約 25% の予測適合率であったが, MSF を用いることによって, 大幅に予測適合率が向上した. これは, CRSS が高く活動しにくい錐面すべり系の候補が除外されたことに起因する. また, SA で評価した場合, 適合割合はさらに向上しており, 特にこの傾向は切欠きに対して 45 度方向に設置した領域で顕著であった. これらの領域は切欠きの存在によって主応力方向が大き

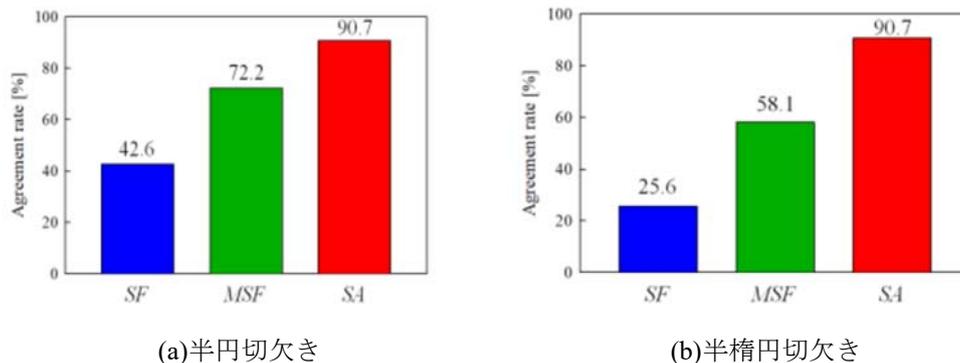


図 2 活動すべり線の予測結果

く変わる領域であり、巨視的な応力分布が存在する場合は、それを考慮することによって各結晶粒の活動すべり系を高い確率で予測できることがわかる。

評価結晶粒の中には、SAを用いても活動すべり系を予測できないものがあった。そのすべり系に関して検討したところ、Lusterらによって提案されているすべり伝達パラメーター m' を用いるとある程度の説明が可能であった。

(3) 繰返し引張後の微視的残留応力とすべり線の関係

最大せん断ひずみ γ_{max} および最大せん断ひずみ面角度 α と実際のすべり線の太さや間隔と比較したところ、結晶粒中心部のすべり線の間隔の大きい部分で最大せん断ひずみが小さく、すべり線の間隔が小さい部分では逆に大きくなっている例も見られたが、明確な相関は見られなかった。最大せん断ひずみ面角度 α に関しては、すべり線の間隔が広い領域では値にばらつきが見られ、間隔が狭い部分では比較的ばらつきが小さかった。これは、先述の最大せん断ひずみと同様、すべり変形の大きな部分では、除荷後の残留ひずみが大きく、最大せん断ひずみも比較的精度良く測定できている一方、すべり線間隔が広い部分では、引張時のすべり変形と除荷後の残留ひずみが小さいため、ひずみ測定の誤差が相対的に大きくなったものと推定される。

(4) 純チタン薄板の微視的不均一変形に関する結晶塑性有限要素解析

解析結果の一例を図3に示す。図中の上面および下面が表面に相当する。変形初期に相当する巨視的公称引張ひずみが0.2%においてすでに材料内部の応力分布は不均一となっており、特に、結晶粒界近傍において比較的高い値を示していた。また、巨視的公称引張ひずみが10%では、応力分布の不均一性が拡大していた。

次に、表面の変位について着目すると、巨視的公称引張ひずみが10%におけるモデルの上下面における表面起伏の形状が0.2%時の形状と酷似していることが明らかとなった。本解析においても、変形初期の微視的不均一変形と後期の変形が強く関連していることが示された。

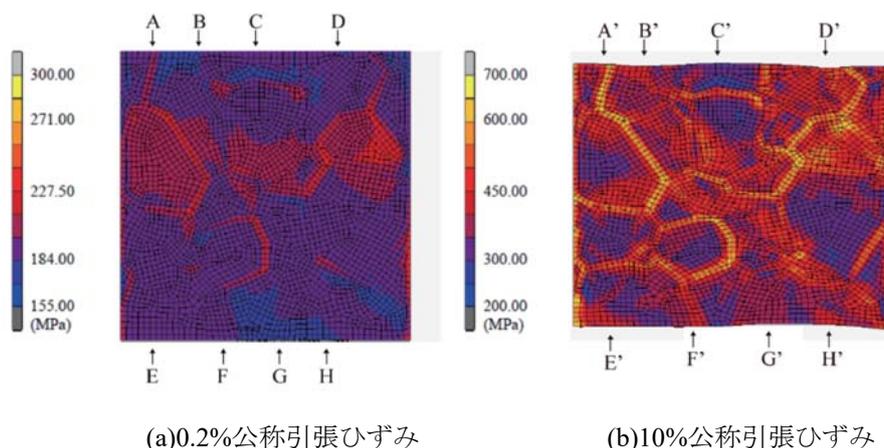


図3 材料内部における相当応力分布

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計5件（うち査読付論文 5件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 4件）

1. 著者名 Junji Sakamoto, Naoya Tada, Takeshi Uemori, Hayato Kuniyasu	4. 巻 10
2. 論文標題 Finite Element Study of the Effect of Internal Crack on Surface Profile Change due to Low Loading of Turbine Blade	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Applied Sciences	6. 最初と最後の頁 1-14
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.3390/app10144883	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている(また、その予定である)	国際共著 -
1. 著者名 Naoya Tada, Takeshi Uemori, Junji Sakamoto	4. 巻 143
2. 論文標題 Prediction of the Fracture Location by Tensile Tests of Gray Cast Iron Based on the Dimensional Changes of Graphite Flakes	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Transactions of the ASME, Journal of Pressure Vessel Technology	6. 最初と最後の頁 1-8
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1115/1.4048063	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 上森武, 柿原大毅, 多田直哉	4. 巻 68
2. 論文標題 純チタン薄板における微視的な不均一変形が表面あれに及ぼす影響に関する結晶塑性有限要素解析	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 材料	6. 最初と最後の頁 478-484
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2472/jsms.68.478	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている(また、その予定である)	国際共著 -
1. 著者名 坂本惇司, 高木佑輔, 上森武, 多田直哉	4. 巻 86
2. 論文標題 引張および疲労負荷を受ける純チタン細線の破壊予測に向けた直流電位差および直径分布の変化の分析	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 日本機械学会論文集	6. 最初と最後の頁 -
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1299/transjsme.19-00351	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている(また、その予定である)	国際共著 -

1. 著者名 Naoya Tada, Takeshi Uemori	4. 巻 8
2. 論文標題 Microscopic Elastic and Plastic Inhomogeneous Deformations and Height Changes on the Surface of a Polycrystalline Pure-Titanium Plate Specimen under Cyclic Tension	5. 発行年 2018年
3. 雑誌名 Applied Sciences	6. 最初と最後の頁 1-16
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.3390/app8101907	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている(また、その予定である)	国際共著 -

[学会発表] 計9件(うち招待講演 0件/うち国際学会 3件)

1. 発表者名 Naoya TADA, Kentaro KISHIMOTO, Takeshi Uemori, Junji Sakamoto
2. 発表標題 Microscopic Deformation of Thin Sheet of Polycrystalline Pure Titanium Under Tension
3. 学会等名 ASME 2020 Pressure Vessels and Piping Conference (PVP2020) (国際学会)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 松本大樹, 多田直哉, 上森武, 坂本惇司
2. 発表標題 多結晶純チタンの繰返し引張後の微視的残留応力とすべり線の関係
3. 学会等名 日本材料学会第6回材料WEEK材料シンポジウム
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 石田諭史, 多田直哉, 上森武, 坂本惇司, 石丸恵太
2. 発表標題 切欠きを有する純チタン薄膜試験片の引張に伴う結晶粒のすべり変形挙動に関する検
3. 学会等名 日本機械学会中国四国支部第59期総会・講演会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 Takashi Ishida, Naoya Tada, Takeshi Uemori, Junji Sakamoto
2. 発表標題 Slip Deformation of Crystal Grains in Semi-Circular Notched Thin Sheet Specimen of Pure Titanium during Tensile Test
3. 学会等名 International Conference on Advanced Technology in Experimental Mechanics 2019 (ATEM '19) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 坂本惇司, 國安隼人, 多田直哉, 上森武
2. 発表標題 低荷重負荷による表面性状変化を用いた内在欠陥の検出
3. 学会等名 日本機械学会材料力学部門M&M若手シンポジウム2019
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 岸本健太郎, 多田直哉, 上森武, 坂本惇司
2. 発表標題 純チタン薄膜の引張変形に伴う表面と裏面の微視的高度分布の関係
3. 学会等名 日本材料学会第5回材料WEEK材料シンポジウム
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Takeshi Uemori, Naoya Tada
2. 発表標題 Numerical Investigation of Relation between Surface Roughness and Microscopic Interior Deformation in Polycrystalline Pure Titanium Sheet
3. 学会等名 Asia-Pacific Conference on Fracture and Strength 2018 (国際学会)
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 高木佑輔, 多田直哉, 上森武
2. 発表標題 純チタン細線の引張試験における変形と直流電位差の関係
3. 学会等名 日本機械学会2018年度年次大会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 佐藤宏樹, 多田直哉, 上森武, 坂本惇司
2. 発表標題 多結晶純チタンの引張りにおける結晶方位変化を考慮に入れた微視的すべり変形の評価
3. 学会等名 日本金属学会2019年春季(第164回)講演大会
4. 発表年 2019年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究 分担者	上森 武 (Uemori Takeshi) (70335701)	岡山大学・自然科学研究科・准教授 (15301)	
研究 分担者	坂本 惇司 (Sakamoto Junji) (50752052)	岡山大学・自然科学研究科・助教 (15301)	

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8 . 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------