

**科学研究費助成事業 研究成果報告書**

平成 27 年 4 月 26 日現在

機関番号：14301

研究種目：若手研究(A)

研究期間：2012～2014

課題番号：24686082

研究課題名(和文) マイクロメカニカルキャラクタリゼーションによる粒界強化機構の新理論モデル構築

研究課題名(英文) New model for grain boundary strengthening evaluated by micromechanical characterization

研究代表者

柴田 暁伸 (Shibata, Akinobu)

京都大学・工学(系)研究科(研究院)・准教授

研究者番号：60451994

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 20,800,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では同一の粒界のみを含む双結晶試験片に対して、圧縮方位を系統的に変化させたマイクロメカニカルキャラクタリゼーションにより、結晶粒界が材料強度に及ぼす影響を実験的に検討することを目的とした。マイクロメカニカルキャラクタリゼーションによって、同一の粒界であっても圧縮方位の変化によって強度におよぼす影響が変化することが明らかとなった。塑性の適合性から双結晶の強度上昇量を見積もり、実験結果と比較した結果、単結晶に比べて変形応力が大きく上昇していた圧縮方位での変形応力の上昇量は塑性の適合性から見積もられる値よりも非常に高くなっており、適合性以外の別の要因を考慮しなければならないことが示唆された。

研究成果の概要(英文)：The present study evaluated the effect of grain boundary on strength by micromechanical characterization using the specimen containing only one grain boundary. The micromechanical characterization revealed that the strengthening of grain boundary changed with compression axis even in the identical grain boundary. We found that the increases of strength evaluated by compatibility of plastic deformation were much higher than those experimentally obtained. This indicated that it is necessary to consider the factors other than compatibility of plastic deformation to account for grain boundary strengthening.

研究分野：材料組織学

キーワード：粒界 強化機構 力学特性 マイクロメカニカルキャラクタリゼーション

## 1. 研究開始当初の背景

結晶粒界は塑性変形の素過程である転位運動や双晶運動の障害として働く。そのため、多結晶体である金属材料の塑性変形挙動は、多結晶を構成する結晶粒内部の単結晶領域における変形のみによっては決まらず、結晶粒界による影響を大きく受けたものとなる。金属材料の強化機構の中で、結晶粒微細化強化は、この結晶粒界が多結晶の塑性変形におよぼす影響を積極的に取り入れた強化機構である。結晶粒微細化強化について詳細な知見を得るためにも、金属材料の強度におよぼす結晶粒界の影響を議論することは必要不可欠である。

結晶粒微細化強化に関しては、ホール・ペッチ関係に従い、結晶粒の微細化に伴って種々の力学特性が向上することが経験的に知られている。しかし、ホール・ペッチ関係は経験則に基づいたものであり、パイルアップモデルなどの様々な理論的な考察がなされてきているが、モデルの妥当性は未だ実験的に実証されていない。また、一般に、結晶粒界は、結晶粒間の相対的方位関係を定める3つの自由度と粒界面を決める2つの自由度によって幾何学的に規定され、多種多様な粒界が存在している。粒界の持つ5つの自由度の中で、何が粒界による強化能を決定しているかは不明である。

個々の微視組織のみを含んだ試験片を用いた材料試験(マイクロメカニカルキャラクタリゼーション)では、単一微視組織や微視組織境界のみの力学特性を直接評価することが可能である。そのため、マイクロメカニカルキャラクタリゼーションは微視組織に依存した種々の力学特性発現メカニズムを解明していくうえで、非常に重要な研究ツールであると言える。

単一粒界のみを含んだ試験片を用い、粒界が塑性変形におよぼす影響に関して研究が行われてきている。これらの研究の結果、粒界に集積した転位群の逆応力、粒界におけるひずみの適合条件を満たすために生じる多重すべり、および粒界に集積した隣接結晶粒内の転位群の応力集中により生じる多重すべり、などが塑性変形に影響をおよぼすといったような説明がされてきた。しかし、同一の粒界に対し活動すべり系と粒界の幾何学的な方位関係に着目して、粒界の存在が材料強度にどの程度影響するかについて実験的に研究した報告は少なく、粒界の塑性変形に対する効果とそのメカニズムについては未だ不明である。そのため、同一の粒界に対して転位と粒界の幾何学関係に着目し、粒界が強度におよぼす影響を検討することは重要な知見となる。

## 2. 研究の目的

本研究では、単一の対称傾角粒界を有する

純アルミニウム試験片に対し、圧縮方位を系統的に変化させた圧縮試験を行い、結晶粒界が材料強度に及ぼす影響をマイクロメカニカルキャラクタリゼーションによって実験的に検討することを目的とした。

## 3. 研究の方法

純度 99.99%の高純度アルミニウムインゴットに機械研磨および 25% HNO<sub>3</sub> + 75 % HCl 溶液による化学研磨を施した後、接合部 2 箇所 99.99%のアルミニウム単結晶を双結晶育成方向が[110]、育成方向を回転軸として回転角が±5°、±7.5°、±15°となるように方位制御して溶接した。加熱温度 750 °C、ブリッジマン炉の移動速度 30 mm / h の条件で双結晶の育成を行い、[110]軸に対して回転角が 10°、15°、30°の対称傾角粒界を有する双結晶を作成した。また双結晶作製時に内部に蓄積した熱応力を取り除くため、昇温速度 50 °C / h で 200 °C まで昇温し、6 時間保持した後、炉冷した。

作製した[110]軸に対して粒界方位差 10°の小角粒界を有するアルミニウム双結晶から圧縮荷重軸が[1 1 0]、[5 4 0]、[11 -2 1]、[11 -3 1]、[11 -8 1]となるような試験片を作製した。同様に、粒界方位差 15°の小角粒界を有するアルミニウム双結晶からは圧縮荷重軸が[8 5 3]となるような試験片、そして、粒界方位差 30°の大角粒界を有するアルミニウム双結晶から圧縮荷重軸が[1 1 0]、[3 1 0]、[6 -1 1]、[3 -2 1]、[4 -3 1]となるような圧縮試験片を作製した。作製した双結晶試験片に対して圧縮試験を行ない、機械的特性を評価した。また、比較のため、同じ圧縮荷重軸を有するアルミニウム単結晶試験片の圧縮試験も行なった。

圧縮試験後の組織は走査型電子顕微鏡(SEM)、SEMにより得られる電子線後方散乱回折(EBSD)パターン、透過型電子顕微鏡(TEM)により解析した。TEM観察用試料はGaイオンを用いた集束イオンビーム加工およびArイオンを用いたイオンミリングにより作製した。

## 4. 研究成果

Figure 1 に、粒界方位差 10°の単一小角粒界のみを有する双結晶試験片および単結晶試験片の[1 1 0]、[5 4 0]、[11 -2 1]、[11 -3 1]、[11 -8 1]を圧縮荷重方位とした圧縮試験により得られた分解せん断応力 - 真ひずみ曲線を示す(緑色：双結晶試験片、黒点線：単結晶試験片)。[1 1 0]、[5 4 0]、[11 -2 1]軸での圧縮試験では、双結晶試験片と単結晶試験片はほぼ同じ応力 - ひずみ曲線を示し、粒界は強度に影響をおよぼしていないことがわかる。一方、[11 -3 1]、[11 -8 1]軸での圧縮試験では、双結晶試験片の変形応力が単結晶試験片よりも高くなっている。つまり、この圧縮荷重方位では、粒界が塑性変形の抵抗になっていると言

える。そのため、粒界方位差  $10^\circ$  の小角粒界は、圧縮荷重方位の変化によって強度におよぼす影響が変化することが明らかとなった。

圧縮試験後の試験片表面を SEM によって観察したところ、圧縮試験において単結晶試験片に比べて双結晶試験片の変形応力が高くなっていた圧縮荷重軸方位  $[11 -3 1]$ ,  $[11 -8 1]$  の場合には、シュミット因子が最大ではないすべり系のすべり線が結晶粒全体にわたって多く観察された。また、圧縮荷重軸方位  $[1 1 0]$ ,  $[5 4 0]$ ,  $[11 -2 1]$  の双結晶試験片の場合、SEM / EBSD 解析の結果、粒界を挟んだ双方の結晶粒内に存在する粒内方位差は最大で  $3^\circ$  程度まで増加していることがわかった。しかし、圧縮試験後も左右の結晶間の方位差は  $10^\circ$  程度で変化がなかった。一方、圧縮荷重軸方位  $[11 -3 1]$ ,  $[11 -8 1]$  の双結晶試験片の場合、圧縮試験後の左右の結晶間の方位差は、粒界近傍で比較すると約  $10^\circ$  であったが、粒界から離れた点で比較すると大きく減少しており、圧縮試験後に双結晶の方位差が大きく変化することがわかった。

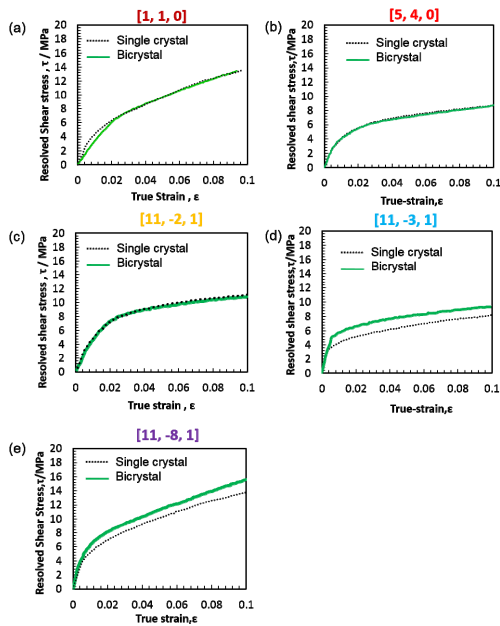


Figure 1  $[110]$ 軸に対して粒界方位差  $10^\circ$  の小角粒界を有するアルミニウム単結晶試験片およびアルミニウム双結晶試験片の圧縮試験における分解せん断応力 - 真ひずみ曲線; (a) 圧縮荷重軸:  $[1 1 0]$ , (b) 圧縮荷重軸:  $[5 4 0]$ , (c) 圧縮荷重軸:  $[11 -2 1]$ , (d) 圧縮荷重軸:  $[11 -3 1]$ , (e) 圧縮荷重軸:  $[11 -8 1]$

粒界方位差  $15^\circ$  である単一の小角粒界を含んだ双結晶試験片と単結晶試験片のサイズを集束イオンビーム加工により  $5 \times 5 \times 20 \mu\text{m}$  まで微小化した試験片の分解せん断応力 - 真ひずみ曲線を Figure 2 に示す (圧縮荷重軸:  $[8 5 3]$ , (緑色: 双結晶試験片, 黒点線:

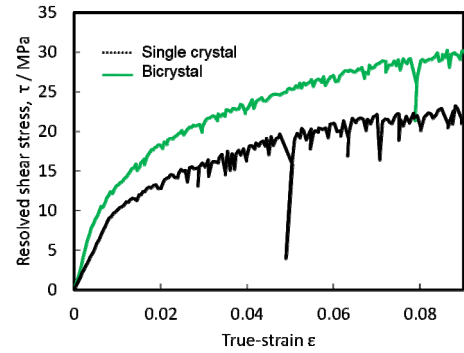


Figure 2  $[110]$ 軸に対して粒界方位差  $10^\circ$  の小角粒界を有するアルミニウム単結晶試験片およびアルミニウム双結晶試験片の圧縮試験における分解せん断応力 - 真ひずみ曲線

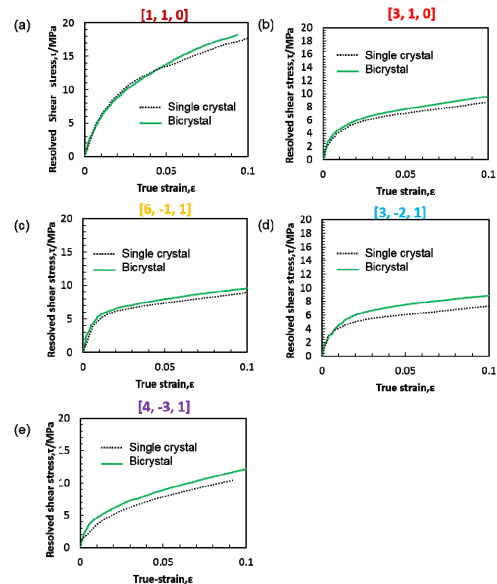


Figure 3  $[110]$ 軸に対して粒界方位差  $30^\circ$  の大角粒界を有するアルミニウム単結晶試験片およびアルミニウム双結晶試験片の圧縮試験における分解せん断応力 - 真ひずみ曲線; (a) 圧縮荷重軸:  $[1 1 0]$ , (b) 圧縮荷重軸:  $[3 1 0]$ , (c) 圧縮荷重軸:  $[6 -1 1]$ , (d) 圧縮荷重軸:  $[3 -2 1]$ , (e) 圧縮荷重軸:  $[4 -3 1]$

単結晶試験片)). 双結晶試験片の方が高い強度を有していることがわかる。またすべり変形の伝播に起因する一つ一つのセレーションの大きさが双結晶試験片のほうが小さくなっている。

また粒界方位差  $15^\circ$  である小角粒界について、粒界近傍の局所力学特性をナノインデントーションにより評価したところ、粒界に近づくほど強度が上昇する傾向が確認された。

Figure 3 に粒界方位差  $30^\circ$  の単一の大角粒界を有する双結晶試験片および単結晶試験片の  $[1\ 1\ 0]$ ,  $[3\ 1\ 0]$ ,  $[6\ -1\ 1]$ ,  $[3\ -2\ 1]$ ,  $[4\ -3\ 1]$  を圧縮荷重方位とした圧縮試験により得られた分解せん断応力 - 真ひずみ曲線を示す (緑色: 双結晶試験片, 黒点線: 単結晶試験片). いずれの圧縮荷重方位でも双結晶試験片の変形応力は単結晶試験片より高くなっているが, 圧縮荷重方位によって変形応力の上昇量が異なっていることがわかる. そのため, 大角粒界でも, 小角粒界の場合と同様に, 圧縮荷重方位の変化によって強度におよぼす影響が変化することが明らかとなった.

粒界方位差が  $30^\circ$  の双結晶試験片では, 粒界方位差が  $10^\circ$  の双結晶試験片と同様に, 圧縮荷重軸  $[3\ -2\ 1]$ ,  $[4\ -3\ 1]$  の場合に, 圧縮後の表面観察で, シュミット因子が最大ではないすべり系のすべり線が結晶粒全体にわたって多く観察され, 双結晶試験片の方位差が大きく変化していた.

粒界方位差が  $10^\circ$  の双結晶試験片で圧縮荷重軸が  $[5\ 4\ 0]$  である試験片に対し, ひずみ量 1% 程度の圧縮試験を施した後の粒界近傍の転位組織を観察した TEM 像を Figure 4(a) に示す. 転位が絡み合った領域も存在していた

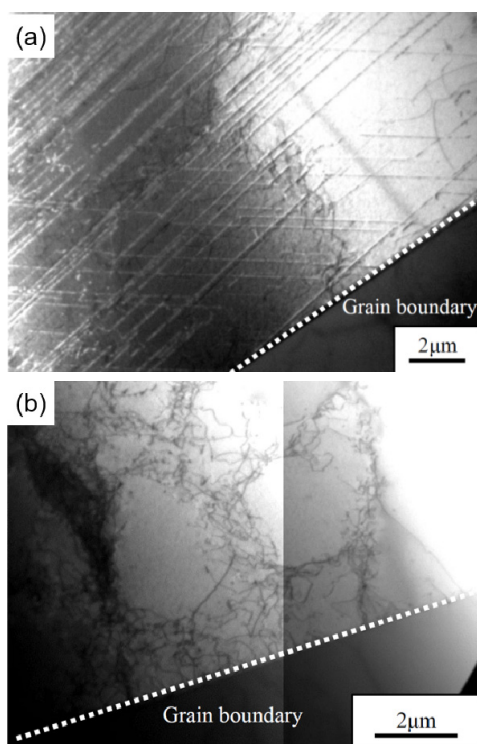


Figure 4 (a) 粒界方位差が  $10^\circ$  の双結晶試験片で圧縮荷重軸が  $[5\ 4\ 0]$  である試験片に対し, ひずみ量 1% 程度の圧縮試験を施した後の粒界近傍の TEM 像, (b) 粒界方位差が  $10^\circ$  の双結晶試験片で圧縮荷重軸が  $[11\ -3\ 1]$  である試験片に対し, ひずみ量 1% 程度の圧縮試験を施した後の粒界近傍の TEM 像

が, 直線的な形状をした転位が多く観察された. コントラスト解析によりバーガースベクトルを求めたところ, 主に  $b = a/2\ [0\ -11]$ ,  $b = a/2\ [101]$  の 2 種類の直線的な転位が存在していることがわかった. また粒界から約  $50\ \mu\text{m}$  離れた領域を TEM 観察したところ, 粒界近傍で観察されたものと同じバーガースベクトルを持つ直線的な転位が多く観察された.

Figure 4(b) は, 粒界方位差が  $10^\circ$  の双結晶試験片で圧縮荷重軸が  $[11\ -3\ 1]$  である試験片に対し, ひずみ量 1% 程度の圧縮試験を施した後の粒界近傍の TEM 像である. Figure 4(a) とは異なり, 湾曲した転位やセル状の転位組織が多く観察された. コントラスト解析の結果, 異なるバーガースベクトルを有する転位が存在していることが明らかとなった. 粒界から  $50\ \mu\text{m}$  離れた領域でも, 湾曲し絡みあったセル状の転位組織が観察された.

活動した主すべり系による一様なせん断変形のみが生じたという仮定のもと, 塑性の適合性の条件から求められる粒界上でのひずみ不一致量を非適合の度合いとし, 生じたひずみ不一致を補うために転位が導入されると考え, 導入される転位密度より求められる主すべり転位に働く逆応力を強度上昇量として見積もった. その結果, 粒界方位差が  $10^\circ$  の双結晶試験片では, いずれの圧縮荷重軸の場合においても塑性の適合性の観点から  $0.1\sim 0.4\ \text{MPa}$  程度, 強度が上昇すると考えられる. しかし, Figure 1 に示したように, 圧縮荷重軸が  $[1\ 1\ 0]$ ,  $[5\ 4\ 0]$ ,  $[11\ -2\ 1]$  の場合, 単結晶試験片と双結晶試験片の変形応力はほぼ同じであった. また, 単結晶試験片に比べて双結晶試験片の変形応力が上昇した圧縮荷重軸が  $[11\ -3\ 1]$ ,  $[11\ -8\ 1]$  である場合, 塑性の適合の観点から見積もった強度上昇量は実験で得られた強度上昇量の 1 割程度にしか過ぎないことがわかった. よって, 粒界方位差  $10^\circ$  の小角粒界を有する双結晶試験片では, 塑性の適合性により見積もった強度上昇量は, 圧縮荷重軸が  $[1\ 1\ 0]$ ,  $[5\ 4\ 0]$ ,  $[11\ -2\ 1]$  の場合は, 実験結果の傾向と一致せず, 圧縮荷重軸が  $[11\ -3\ 1]$ ,  $[11\ -8\ 1]$  の場合は, 実験結果に比べて小さな強度上昇量しか説明できないことがわかった.

粒界方位差が  $30^\circ$  の双結晶試験片では, 不適合性から見積もった単結晶試験片からの強度上昇量と, 実験から得られた単結晶試験片からの強度上昇量の差は圧縮荷重方位によって異なっていた. 圧縮荷重軸が  $[1\ 1\ 0]$ ,  $[3\ 1\ 0]$  の場合, 不適合から見積もった単結晶試験片からの強度上昇量は実験で得られた強度上昇量と近い値になっていた. しかし, 圧縮荷重軸が  $[6\ -1\ 1]$ ,  $[3\ -2\ 1]$ ,  $[4\ -3\ 1]$  の場合, 不適合から見積もった単結晶試験片からの強度上昇量は実験で得られた強度上昇量よりも非常に低くなっていた. 以上より, 双結晶試験片における変形応力の上昇は塑性の適合性のみでは説明できず, 別の要因を考慮しなければならないことが明らかとなった.

粒界方位差が  $10^\circ$  の双結晶試験片で圧縮荷重軸が  $[11\ -3\ 1]$  の場合、Figure 4 (b) に示すように粒界近傍にセル状の組織が形成されていた。転位セル組織は転位から弾性相互作用を低減しようとして形成される組織である。粒界方位差が  $10^\circ$  の双結晶試験片、粒界方位差が  $30^\circ$  の双結晶試験片の単結晶試験片からの変形応力の上昇量は、塑性の適合性から見積もられる強度上昇量よりも非常に高くなっており、これは粒界近傍に形成された転位セル組織によって粒界近傍の強度が大きく上昇したことに起因すると考えられる。

## 5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 (計 0 件)

〔学会発表〕 (計 1 件)

- [1] 佐藤裕也, 柴田曉伸, 寺田大将, 樫原恵蔵, 辻伸泰, 「対称小傾角粒界を有する純アルミニウム双結晶の強度と圧縮方位の関係」, 日本金属学会秋期講演大会, 2012/9/18, 愛媛大学

〔図書〕 (計 0 件)

〔産業財産権〕

○出願状況 (計 0 件)

○取得状況 (計 0 件)

〔その他〕

なし

## 6. 研究組織

(1) 研究代表者

柴田曉伸 (SHIBATA Akinobu)

京都大学・大学院工学研究科・准教授

研究者番号: 60451994