

令和 3 年 6 月 21 日現在

機関番号：13904

研究種目：基盤研究(B)（一般）

研究期間：2018～2020

課題番号：18H01750

研究課題名（和文）結晶金属における転位運動に及ぼす活性化体積制御に基づく力学的高機能化

研究課題名（英文）Mechanical Enhancement Based on Control of Activation Volume for Dislocation Motion in Crystalline Metals

研究代表者

戸高 義一（TODAKA, YOSHIKAZU）

豊橋技術科学大学・工学（系）研究科（研究院）・教授

研究者番号：50345956

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 13,400,000円

研究成果の概要（和文）：本研究は、転位運動における熱活性化過程および活性化体積に注目して、結晶金属における力学的挙動の発現メカニズムを調査した。活性化体積とマクロな力学的挙動を関係づけることで、転位運動における熱活性化過程を考察した。数百ナノメートル以下に結晶粒を微細化することで、転位運動に及ぼす粒界の影響が顕著になり、力学応答への粒界の役割を理解できることが分かった。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究より、転位運動における熱活性化過程や活性化体積に注目することで、従来金属（結晶粒径：数 - 数十マイクロメートル）からバルクナノメタル（結晶粒径：数 - 数百ナノメートル）の結晶金属における力学的挙動を、より深く理解することができることが分かった。これにより、バルクナノメタルの優れた力学特性発現メカニズムの理解と、それによる構造材料のさらなる力学的高機能化に寄与することができる。

研究成果の概要（英文）：This study investigated the mechanism of mechanical behavior in crystalline metals, focusing on the thermal activation process and activation volume in dislocation motion. By relating the activation volume to the macroscopic mechanical behavior, the thermal activation process in dislocation motion was discussed. By reducing the grain size to several hundred nanometers or less, the effect of grain boundaries on dislocation motion became more pronounced, and the role of grain boundaries in mechanical response can be understood.

研究分野：材料物性、組織制御

キーワード：活性化体積 構造材料 格子欠陥 組織制御 巨大ひずみ加工 熱処理

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属します。

1. 研究開始当初の背景

これまで結晶金属における力学的性質（強さと変形）は、金属組織によって制御されてきた。転位論にて理解される結晶粒微細化強化、転位強化、析出強化、固溶強化などの強化機構に基づいて、塑性加工、熱処理、合金元素添加が行われてきた。本研究では、金属組織における空間的サイズの階層を下げて、転位の熱活性化運動の単位素過程の大きさ・分布を制御するとともに、金属組織に基づいた強化機構の階層を深化させる。

金属組織による力学的性質の制御は、これからも有効な手法であることは間違いない。一方で、近年盛んに研究されてきた、結晶粒径がサブ μm 以下の金属組織を持つバルクナノメタル (Bulk Nanostructured Metals, BNM) において、転位運動の熱活性化過程（活性化体積 V^* 、活性化エネルギー G^* （活性化エンタルピー H^* ）、 $V^* \propto H^*$ ）から力学応答を整理することで初めて理解できる現象がしばしば観察されている。活性化体積 V^* は、単位熱活性化過程の障害物間の距離 L と、転位が障害物を乗り越える過程の前後で移動した距離、すなわち乗り越える障害物の大きさに等しい活性化距離 d^* との積である活性化面積に、バーガースベクトルの大きさ b を掛け合わせたものである。

$$V^* = b L d^* \quad (1)$$

例えば、Tsuji ら[Science, 312 (2006) 249]が報告した“焼鈍硬化と加工軟化”といった現象は、転位運動の活性化する領域（転位源）の分布 (V^* の分布) および V^* 、 G^* の大きさの変化として理解できる。また、ひずみ速度急変試験や応力緩和試験によって求めた塑性変形の V^* が、温度の減少関数や応力の増加関数になるという特異な実験結果は、単結晶・粗大結晶粒材では観られない現象である。

2. 研究の目的

バルクナノメタル (BNM) において観られるような特異な力学的挙動を、転位の熱活性化運動の単位素過程から考え直すことで、その挙動を深く理解できるようになりつつある。本研究では、転位運動における熱活性化過程、活性化体積 V^* に注目して、より根源的な力学的性質の制御を目指す。

3. 研究の方法

3.1. 供試材

純 Fe を基本とした 3 種類 (Fe(C), IF-steel, IF-steel(C)) の供試材を用いた。Fe(C)は、11 mass ppm の C を固溶した試料である。IF (Interstitial Free) -steel は、Ti を添加して C を TiC として析出させ、固溶 C の影響を排除した試料である。また、IF-steel(C)は、Ti の添加量に対して C 量を多くすることで、TiC として析出しきれない一部の C を固溶 (250 mass ppm 程度) した試料である。それぞれの試料における最終熱処理条件は、Fe(C): 1000 °C, 1 h, 炉冷, IF-steel, IF-steel(C): 950 °C, 3 min, 空冷 である。

Fe(C)については、活性化体積に及ぼす組織の影響を調査するため、また、IF-steel(C)の引張流動応力と同程度にするため、形状不変巨大ひずみ加工の一つである高圧下ねじり (HPT: High-Pressure Torsion) 加工と焼鈍 (400 °C, 2 h, 塩浴) を行なった。HPT 加工は、円板試料 (厚さ 0.85 mm, 直径 20 mm) を 0.25 mm の窪みを設けた 2 つの治具で上下から挟み、圧縮圧力: 5 GPa, 回転速度: 0.2 rpm の条件で下側治具を回転 (ねじり回転回数 $N=10$) させて行なった。

3.2. 引張試験

引張試験は、平行部長さ 3 mm, 幅 1 mm, 厚さ 0.5 mm を持つ試験片を用いて行なった。Fe(C)については、HPT 加工後・焼鈍後の円板試料から、平行部の幅中心が円板試料の中心からの距離 $r=3$ mm となるようにワイヤ放電加工にて切り出した。切り出した引張試験片の表面を #80 ~ #1500 の耐水研磨紙にて研磨した。真応力を測定するため、CCD カメラにて引張試験中の幅と厚さを測定した。引張試験は室温で行ない、初期ひずみ速度は $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ とした。ひずみ速度急変試験は、塑性変形中にひずみ速度を $1 \times 10^{-3} \rightleftharpoons 1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ へ急減・急増させて行なった。活性化体積 V^* は次式にて算出した。

$$V^* = M k T \frac{\ln(\dot{\epsilon}_1 / \dot{\epsilon}_2)}{\sigma_1 - \sigma_2} \quad (2)$$

ここで、ひずみ速度 $\dot{\epsilon}_1$, $\dot{\epsilon}_2$ の時の真応力をそれぞれ σ_1 , σ_2 とする。また、純 Fe のテイラー因子 $M=2.0$, ボルツマン定数 $k=1.38 \times 10^{-23}$ J/K, 試験温度 $T=300$ K とした。

3.3. 組織観察および転位密度測定

組織観察は FE-SEM / EBSD にて行なった。結晶粒径 d を、結晶方位像から JIS G0551 に従って Planimetric method により求めた。転位密度 ρ 測定は、X 線回折にて行なった。 ρ は、Williamson and Smallman の式より算出した。試料は、耐水研磨紙およびダイヤモンドペーストで湿式研磨後、電解研磨を行なった。電解研磨は、A2 溶液（エタノール: 730 ml, 過塩素酸: 78 ml, 蒸留水: 90 ml, 2n-プトキシエタノール: 100 ml の混合液）を用いた。電解研磨後は速やかにエタノールで超音波洗浄した。

4. 研究成果

4.1. 活性化体積に及ぼす組織の影響

HPT 加工 (Fe(C)_HPT) および焼鈍 (Fe(C)_HPT+A) した Fe(C) の結晶方位像を、図 1 に示す。引張試験片の平行部となる HPT 試料 $r=3$ mm の領域を、HPT 加工の回転軸に平行な方向から観察した。結晶粒径 d は、Fe(C)_HPT: 250 nm, Fe(C)_HPT+A: 580 nm であった。また、転位密度 ρ は、Fe(C)_HPT: $3.4 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ であった。HPT 加工 ($N=10$) 後に 300°C , 2 h で焼鈍した試料の ρ が $3.1 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$ であったことから、Fe(C)_HPT+A (400°C , 2 h) においても 10^{13} m^{-2} 程度の ρ と考えられる。 ρ の測定には、HPT 試料 $r=5$ mm を中心とした直径 8 mm の円板を、X 線回折用試料として用いた。(直径 8 mm 円板全体の硬さは概ね一定であった。)

これらの試料についてひずみ速度急変試験を行なった結果を、図 2 に示す。Fe(C)_HPT では連続型の降伏現象を、Fe(C)_HPT+A では明瞭な降伏点降下現象を示した。活性化体積 V^* は、いずれの試料においても塑性変形の全域にわたって

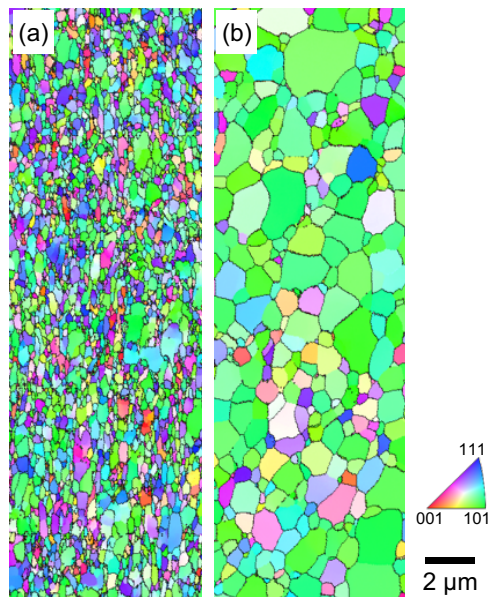


図 1 FE-SEM / EBSD 結晶方位像。
(a) Fe(C)_HPT ($N=10$), (b) Fe(C)_HPT+A (400°C , 2 h).

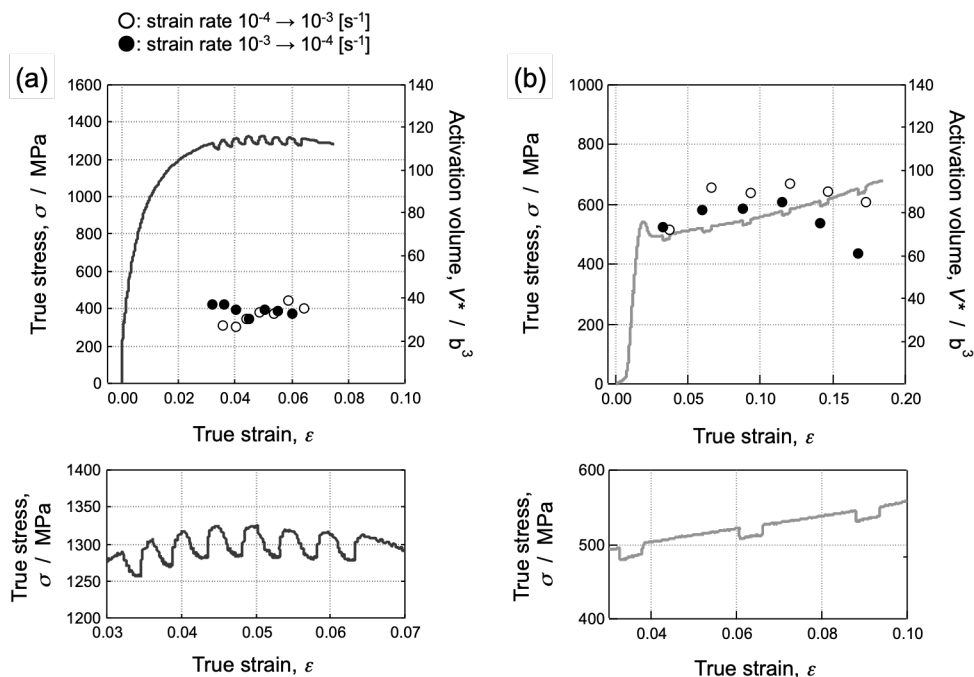


図 2 ひずみ速度急変試験結果。
(a) Fe(C)_HPT, (b) Fe(C)_HPT+A.

値に大きな変化はなく、Fe(C)_HPT は Fe(C)_HPT+A の半分程度の値であった。

特徴的な現象として、Fe(C)_HPT において、ひずみ速度急変後の応力応答に過渡的な変化が見られた。(図 2 (a)) これは、超微細結晶粒組織であり、かつ、 ρ が高いことによる転位の粘性運動に起因すると考えられる。結晶粒径の減少に伴って、粒内転位源よりも粒界転位源の働きが重要になるという指摘がある。Wang ら[Acta Mater., 54 (2006) 2715]は、ナノ結晶粒 Ni において、転位と粒界の相互作用に由来する熱活性化変形過程を考察した。粒界からの転位の生成過程や粒界でピン止めされた運動転位がピン止めを外す (depinning) 過程が変形律速となる可能性を指摘した。また、Swygenhoven ら[Acta Mater., 54 (2006) 1975; Mater. Today, 9 (2006) 24; Mater. Sci. Eng. A, 483-484 (2008) 33]は、分子動力学シミュレーションの結果から、ナノ結晶粒 fcc 金属中の転位の運動では、粒界での熱活性化 depinning 過程を考慮する必要があると考えた。これらを背景に、Kato ら[Mater. Trans., 49 (2008) 1278; Mater. Sci. Eng. A, 516 (2009) 276]は、粒界で生成した転位の粒内への張り出し過程と熱活性化 depinning 過程を考慮した超微細結晶粒材料の Kato - Fujii - Onaka (KFO) モデルを提案した。

4.2. 活性化体積に及ぼす固溶炭素の影響

IF-steel および IF-steel(C)の結晶粒径 d は、それぞれ IF-steel: 12,000 nm, IF-steel(C): 4,000 nm であった。

IF-steel, IF-steel(C)および Fe(C)_HPT+A における真応力-真ひずみ曲線を、図 3 に示す。IF-steel と比較して、IF-steel(C)は降伏強度が高く加工硬化率も大きい。これらは固溶 C の影響と考えられる。Fe(C)を HPT 加工後焼鈍することで、Fe(C)_HPT+A の流動応力を IF-steel(C)のそれに概ね揃えることができた。

ひずみ速度急変試験(図 4)において、IF-steel, IF-steel(C)は、Fe(C)_HPT+A と同様に、Fe(C)_HPT に見られたひずみ速度急変後の過渡的な応力応答(図 2 (a))は見られなかった。

IF-steel と IF-steel(C)は、真ひずみの増加とともに活性化体積 V^* が減少した(図 5 (a))。このひずみに対する V^* の減少は、ひずみの増加に伴って転位密度 ρ が増加し、林立転位の平均間隔 L (式(1))が減少したためと考えられる。また、図 5 (b)に真応力に対する V^* の変化を示す。IF-steel と IF-steel(C)は応力の増加とともに V^* が減少するが、これは応力の増加に伴う障害物(林立転位)間の運動転位の張り出しが大きくなったためと考えられる。しかしながら、Fe(C)_HPT+A (および Fe(C)_HPT (図 2))では、IF-steel と IF-steel(C)に見られた真ひずみ、真応力の増加に伴う V^* の減少は見られず、いずれのひずみ、応力においても V^* は同程度の値を示した。これは、前述した転位と粒界の相互作用に由来する熱活性化変形過程によると考えられるが、明確な理由については明らかになっていない。

IF-steel と IF-steel(C)において、 $\epsilon = 0.1$ 付近では IF-steel(C)の方が大きな V^* を示したが、 $\epsilon = 0.3$ 付近では IF-steel の方が大きかった。この結果は、固溶 C がひずみに対する V^* の減少をより顕著にすることを示唆する。固溶 C は転位運動を阻害するため、転位の移動速度 v を抑える。同じひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ で塑性変形する際に転位の v が抑えられると ρ は増加する。

$$\dot{\epsilon} = \rho v b \quad (3)$$

着目する運動転位に対する林立転位密度が増加するため、 V^* は減少したと考えられる。

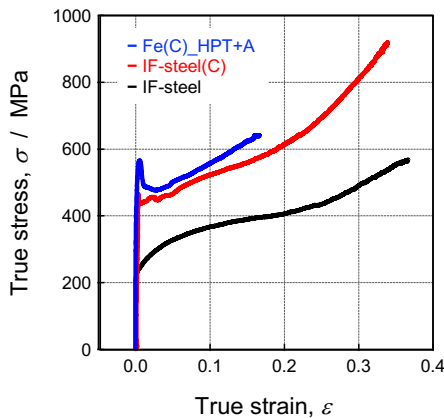


図 3 IF-steel, IF-steel(C), Fe(C)_HPT+A における真応力-真ひずみ曲線。

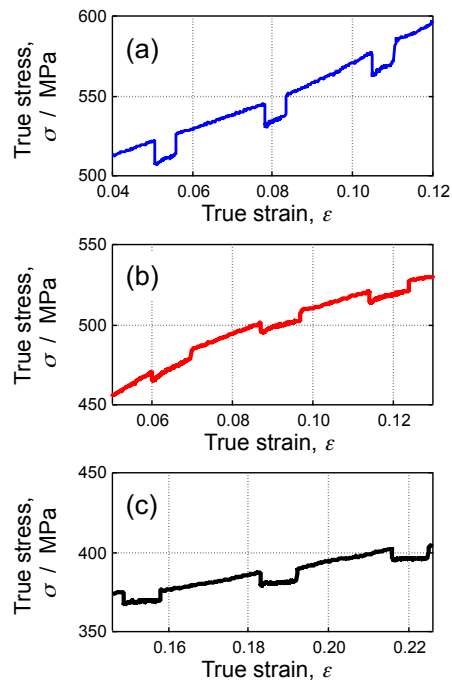


図 4 ひずみ速度急変試験結果。(a) Fe(C)_HPT+A, (b) IF-steel(C), (c) IF-steel.

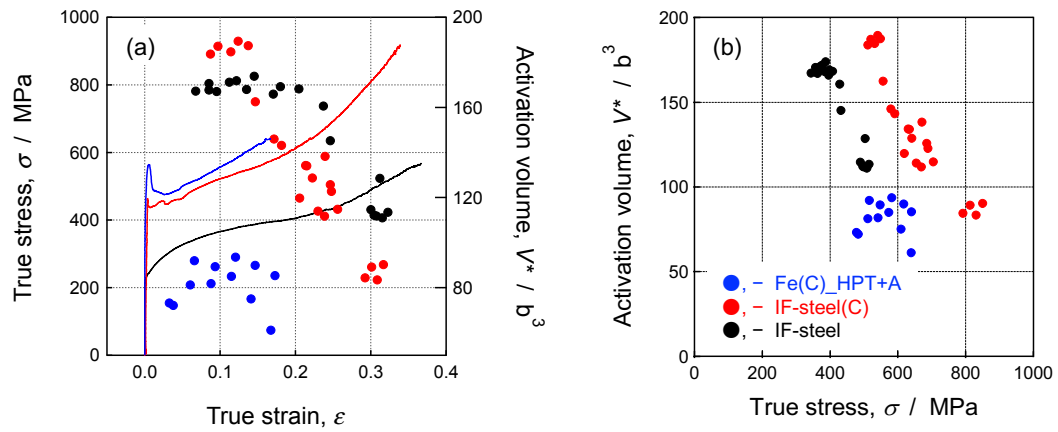


図5 IF-steel, IF-steel(C), Fe(C)_HPT+A における活性化体積 V^* 変化.

本研究より，転位運動における熱活性化過程や活性化体積に注目することで，従来金属（結晶粒径 d : 数 ~ 数十 μm ）からバルクナノメタル（ d : 数 ~ 数百 nm ）の結晶金属における力学的挙動をより深く理解することができることが分かった。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計1件（うち査読付論文 1件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 1件）

1. 著者名 佐藤宏和, 足立望, 戸高義一	4. 巻 85
2. 論文標題 Cyclic-HPT加工により得られる定常結晶粒径に及ぼす1パスひずみの影響	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 日本金属学会誌	6. 最初と最後の頁 67-74
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2320/jinstmet.J2020045	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3件（うち招待講演 0件/うち国際学会 0件）

1. 発表者名 戸高義一, 杉浦幹亮, 佐藤宏和, 足立望
2. 発表標題 巨大ひずみ加工および焼鈍により組織制御したバルクナノ純Feにおける転位運動の活性化体積
3. 学会等名 日本金属学会 2019年秋期(第165回)講演大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 杉浦幹亮, 戸高義一, 足立望
2. 発表標題 中性子回折法による微細結晶粒純Feにおける応力分配解析
3. 学会等名 日本鉄鋼協会・日本金属学会 東海支部 第28回学生による材料フォーラム
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 杉浦幹亮, 戸高義一, 足立望
2. 発表標題 巨大ひずみ加工および焼鈍により組織制御した純Feの力学特性
3. 学会等名 日本機械学会 東海学生会 第50回学生員卒業研究発表講演会
4. 発表年 2019年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

researchmap https://researchmap.jp/150508_read0061240 豊橋技術科学大学 機械工学系 教員紹介 https://www.tut.ac.jp/university/faculty/me/72.html 材料機能制御研究室 http://martens.me.tut.ac.jp/
--

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	足立 望 (ADACHI NOZOMU) (00758724)	豊橋技術科学大学・工学(系)研究科(研究院)・助教 (13904)	

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
---------	---------