

## 科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成24年5月18日現在

機関番号：12608

研究種目：基盤研究（C）

研究期間：2008～2011

課題番号：20560067

研究課題名（和文） 超塑性変形における結晶粒子群の動力学的理論

研究課題名（英文） Kinematical Theory for Grain Motion during Superplastic Deformation

研究代表者

安田 公一（YASUDA KOUICHI）

東京工業大学・大学院理工学研究科・准教授

研究者番号：20191306

研究成果の概要（和文）：正方晶ジルコニアセラミックスの超塑性変形における748個の結晶粒子の変位ベクトルを求めた。結晶粒子の流跡線を調べてみると、ジグザグ運動をしていることがわかった。そこで、有限要素解析で、結晶粒子のドリフトベクトルを推定し、それを変位ベクトルから差し引くことで、結晶粒子のランダムウォークベクトルを求めた。その結果、変形の初期では、引張り軸方向とそれに垂直な方向のランダムウォーク成分の分散は逆相関を持つが、変形が進行するにつれて、両者の分散が一致してくる傾向が認められた。この傾向をランジュバン方程式によって解析した。

研究成果の概要（英文）：The displacement vectors of 748 grains of tetragonal zirconia ceramics were measured by electron microscopic observation of grain structure before and after superplastic deformation. Trajectory analysis showed that grains moved in zigzag way. So, the displacement vector was divided into the random walk vector and the drift vector calculated by finite element analysis. Variances of random walk vectors for tensile direction and lateral direction had an inverse correlation at the beginning of superplastic deformation, however, these two variances became the almost same value with the deformation. The tendency was analyzed with Langevin equation.

交付決定額

（金額単位：円）

|        | 直接経費      | 間接経費      | 合計        |
|--------|-----------|-----------|-----------|
| 2008年度 | 1,500,000 | 450,000   | 1,950,000 |
| 2009年度 | 700,000   | 210,000   | 910,000   |
| 2010年度 | 600,000   | 180,000   | 780,000   |
| 2011年度 | 700,000   | 210,000   | 910,000   |
| 年度     |           |           |           |
| 総計     | 3,500,000 | 1,050,000 | 4,550,000 |

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学 機械材料・材料力学

キーワード：材料設計・プロセス・物性・評価・セラミックス超塑性

## 1. 研究開始当初の背景

正方晶ジルコニアセラミックスで超塑性現象が発見されてから、既に20年を経過し、その間に、アルミナ、窒化ケイ素、炭化ケイ素、また、それらの粒子分散複合材料など、さまざまなセラミックスで超塑性現象が報

告されている。また、超塑性加工と言った応用についても、一時期、盛んに検討された。しかし、セラミックス超塑性については、個別の材料に依存した現象論的な記述の域を出ていないという問題点があった。

一方、セラミックス超塑性のメカニズムと

しては Ashby-Verrall の 4 粒子の粒界滑りモデルで説明されることが多いが、実際の多結晶体の粒子全体が、同時に Ashby-Verrall モデルのように粒界滑りをしているとは考えにくい。むしろ、粒界滑りをしやすい粒界（あるいは、粒子の配置）や粒界滑りにくい粒界があり、それらが局所的に、ランダムに粒界滑りを起こして、全体の変形となっているのではないかと考えられる。

そこで、本研究の準備として、正方晶ジルコニアセラミックス中の結晶粒子 748 個の運動学的データを取得したので、それを上記の観点から定量的に解析することを着想した。

## 2. 研究の目的

本研究では、超塑性という力学現象が起こるための条件を、結晶粒子群という離散的な構造を明示的に考慮した運動方程式に関連づけて定式化することを目的とした。具体的には、既に、取得している結晶粒子 748 個の運動学的データを精密補正をして、次に、その変位ベクトルの内のドリフト成分を有限要素法で推測して、変位ベクトル中のランダムウォーク成分のみを抽出し、最後に、そのランダムウォーク成分に対してランジュバン方程式（確率過程の運動方程式）を当てはめて、超塑性変形の進行に伴う特徴について考察することを目的とした。

## 3. 研究の方法

これまでの研究で、研究代表者が取得した結晶粒子群の運動学的データを確率過程論に基づいて解析し、超塑性変形における結晶粒子群の動力学的理論の構築を行った。具体的には、次の内容について検討した。

(1) 既に取得している超塑性変形に伴う結晶粒子群の運動学的データ（すなわち、これまでの研究で、正方晶ジルコニアセラミックス引張り試験片中央部の粒子構造を電子顕微鏡で観察し、予め、748 個の結晶粒子の位置座標を特定し、その後、その試験片を 1400°C 大気中で、真塑性ひずみ増分で 2% 超塑性変形させてから室温に冷却し、再度、電子顕微鏡で 748 個の結晶粒子群の位置座標の変化を計測した。これを 16 回繰り返して、真塑性ひずみ約 30% までの結晶粒子群の運動学的データを得ている）の精密補正を行った。

(2) 2% の真塑性ひずみ増分の前後における各結晶粒子の位置座標の変化（変位ベクトルとよぶ）を求め、各変形段階での変位ベクトル図を作成して、その特徴を検討した。

(3) 有限要素法を用いて、均一連続体の引張り変形における粒子点の変位をドリフトベクトルとして、別途、推定し、それを、実測した変位ベクトルから差し引いて、ランダムウォークベクトルを求めた。

(4) ランダムウォークベクトルを変形時間で除して、ランダムウォーク速度ベクトルとし、それに、Langevin 方程式を当てはめて解

析した。

## 4. 研究成果

上記の 4 項目の内容に対応して、以下の成果が得られた。

(1) 運動学的データの精密補正のため、電子顕微鏡観察時の倍率の誤差と、試験片の回転の影響について検討した。その結果、繰り返し試験の初期の段階で、倍率の誤差が認められたので、平均粒径と粒子数を用いた補正法を考案して、倍率の誤差をキャンセルした。また、試験片の回転の影響は、変位ベクトルの 10% 程度の誤差であることが分かったが、これについては、今回、特に補正を行わなかった。

(2) 748 個の結晶粒子を含む観察領域が均一に引張り変形をしていることを確かめるために、観察領域の周囲を 100  $\mu\text{m}$  の格子状のメッシュを入れて、その変形の様子をチェックしたところ、100  $\mu\text{m}$  の格子は均一に引張り変形をしており、そのひずみは、引張り試験片のゲージ長さから求めた巨視的なひずみと一致した。このことから、高温での引

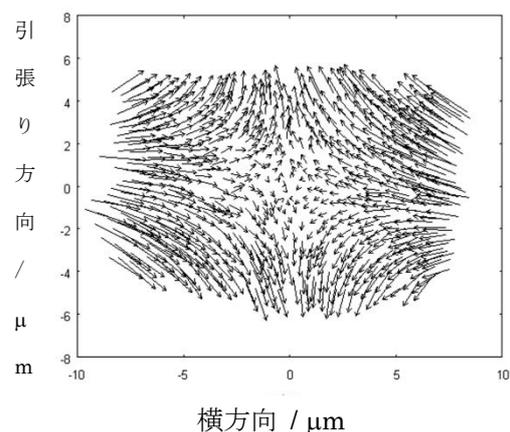


図 1 真塑性ひずみ 0% と 30% の位置ベクトルから作った変位ベクトル図

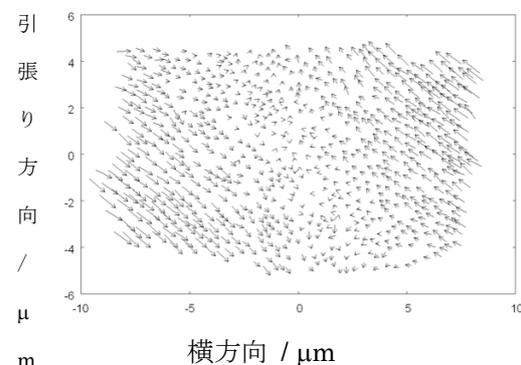


図 2 真塑性ひずみ 0% と 2% の位置ベクトルから作った変位ベクトル図

張り試験に問題のないことが確認できた。

(3) 748 個の結晶粒子の位置ベクトルの測定結果から、超塑性変形に伴う各粒子の変位ベクトルを算出した。まず、真塑性ひずみ 0% の時の位置ベクトルと、30% の時の位置ベクトルの差から変位ベクトル図を作成したところ、図 1 に示すような変位ベクトル図が得られた。これより、完全流体の流跡線に類似のベクトル図であることがわかり、変形量を大きく取ると（長時間間隔での運動を見ると）、途中の粒子運動に関する揺動がキャンセルされて、観察領域全体で均一な引張り変形となっていることがわかった。

(3) 次に、真塑性ひずみ 0% の時の位置ベクトルと、2% の時の位置ベクトルの差から変位ベクトル図を作成したところ、図 2 に示すような変位ベクトル図が得られた。これより、変形量を小さく取ると（短時間間隔で運動をみると）、結晶粒子の運動の大きさと方向がほぼ同じになっているドメイン領域と、揃っていないでランダムに運動している領域が現れることがわかる。すなわち、短時間間隔で、結晶粒子の運動を見てみると、決して、均一に運動しているのではなく、個々に揺動しながら運動していることが示唆された。

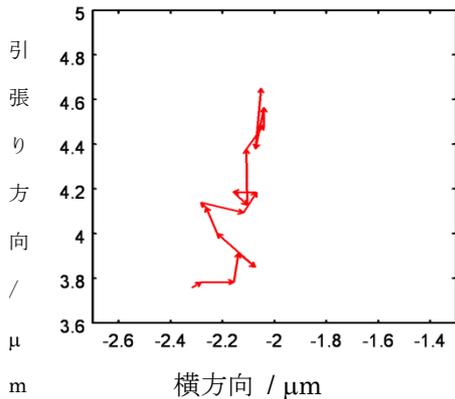


図 3 ある結晶粒子の流跡線

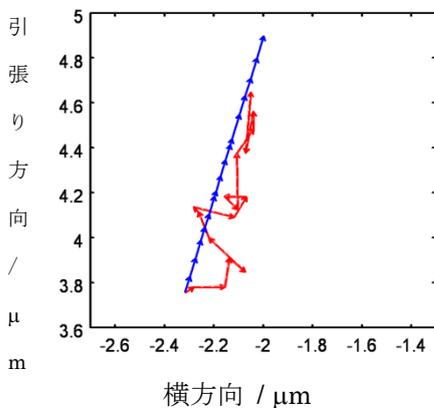


図 4 ドリフトベクトル

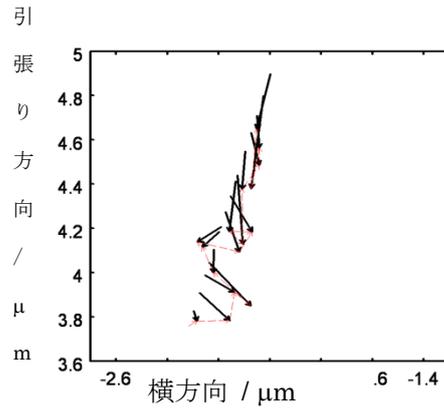


図 5 ランダムウォークベクトル

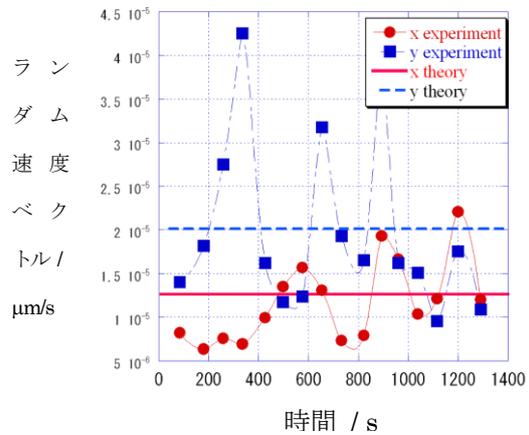


図 6 ランダム速度ベクトルの分散

- 引張り方向
- 横方向

(4) そこで、1つの結晶粒子について、その流跡線を書いてみると、図 3 のようになった。そこで、繰り返し超塑性変形時の応力/ひずみ曲線を用いて、有限要素法で弾塑性解析を来ない、試験片が均一に塑性変形した場合の各粒子点の変位ベクトルを求め、それをドリフトベクトルと呼ぶことにした。そして、図 3 に示した実際の流跡線ベクトルから、このドリフトベクトルを引くことにより、その残ったベクトルをランダムウォークベクトルと定義した。その分離の様子を図 4, 5 に示す。

(5) このようにして得られたランダムウォークベクトルを変形時間で除して、ランダムウォーク速度ベクトルに直し、それを引張り方向とそれに垂直な方向に分けて、その分散をプロットしたものを図 6 に示す。これより、変形の初期の段階では、ランダム速度ベクトルの引張り軸方向成分の分散 (●) が大きくなる時には、それに垂直な方向の分散 (■) が小さくなるという逆の相関が認められるが、変形が進むにつれて、分散自体の変動が小さくなると共に、両者の値が揃ってくることをわかる。すなわち、変形の初期段

階では、焼結の際の粒子の安定配置になっているため、逆に、変形の際には動きにくく、引張り軸方向に動こうとする時には、それに垂直方向に動きにくいということを意味していると考えられる。しかし、変形が進行するにつれて、粒子がお互いに移動しやすい動的安定配置になってくることから、引張り軸方向とそれに垂直方向の分散が揃ってくるのではないかと推測される。

この変動の傾向を、確率過程論における運動方程式に相当する Langevin 方程式を用いて、再現することを試みた。まず、Langevin 方程式中の摩擦項を定数として解析した結果が、図 6 中の横軸に平行な 2 直線である。おおよそオーダーで一致したが、時間に関する変動は再現できなかった。これは、粒子の移動に伴う配置構造が変化して、粒子にかかる摩擦力が変動しているためだと考えられる。そこで、Langevin 方程式中の摩擦項を時間の関数として解析も行って、さらに、実験結果との対応がよくなることがわかった。

#### 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 5 件)

- ① T. Okamoto, K. Yasuda, T. Shiota, “Estimation theory for random force exerted on grains during superplastic deformation of ceramics”, IOP Conf. Series, Materials Science and Engineering, 査読有 18, 202007 (2011)
- ② T. Okamoto, K. Yasuda, T. Shiota, “Grain motion statistics of TZP ceramics during superplastic deformation”, Scripta Materialia, 査読有, vol. 64, no. 3 p253-255 (2011).
- ③ 岡本拓, 安田公一, 塩田忠, “TZP セラミックスの超塑性変形における粒子流跡線のブラウン運動に基づく解析”, 日本機械学会論文集 (A編), 査読有, vol. 76, no. 766, p680-681 (2010).
- ④ T. Okamoto, K. Yasuda, T. Shiota, “Random walk analysis of grain motion during superplastic deformation of TZP”, Journal of Physics: Conference Series, 査読有, vol. 191, #012004 (2009).
- ⑤ K. Yasuda, T. Okamoto, T. Shiota, Y. Matsuo, “Kinematical Analysis of 748 Grains in TZP Ceramics during Superplastic Deformation”, Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering, 査読有, Vol. 2, No. 12, p1497-1507 (2008).

[学会発表] (計 10 件)

- ① 安田公一, “超塑性材料のマイクロ変形モデル(招待講演)” 日本塑性加工学会 マイ

クロ・ナノ加工分科会 第 7 回技術セミナー, 2011. 7/28 (東工大)

- ② Taku Okamoto, Kouichi Yasuda, Tadashi Shiota, “Application of random walk theory to grain motion during superplastic deformation”, 2011 MSEC / NAMRX / ICM&P conference, 2011. 6/ 13-17, Carvallis, (Oregon, USA)
  - ③ 岡本拓, 安田公一, 塩田忠, “TZP セラミックスの超塑性変形における結晶粒子の運動の確率解析”, 第 18 回機械材料・材料加工技術講演会, 2010. 11/27-28, 東京大学 (東京)
  - ④ T. Okamoto, K. Yasuda, T. Shiota, “Estimation theory for random force exerted on grains during superplastic deformation of ceramics”, 3rd International Congress on Ceramics, 2010. 11/15-17, Osaka International Convention Center (Osaka, Japan)
  - ⑤ 岡本拓, 安田公一, 塩田忠, “セラミックス超塑性における粒子に働くランダム力の推定理論”, 日本機械学会 2010 年年次大会, 2010. 9/5-8, 名古屋工業大学 (愛知)
  - ⑥ 安田公一, 岡本拓, 塩田忠, “TZP セラミックスの超塑性変形における粒子流跡線の分解”, 日本セラミックス協会 2010 年年会, 2010. 3/22-24, 東京農工大学 (東京)
  - ⑦ 岡本拓, 安田公一, 塩田忠, “TZP の超塑性変形における粒子流跡線のブラウン運動に基づく解析”, 第 17 回機械材料・材料加工技術講演会, 2009. 11/5-11/7, 富山国際会議場 (富山)
  - ⑧ T. Okamoto, K. Yasuda, T. Shiota, “Random Walk Analysis of Grain Motion during Superplastic Deformation of TZP”, ISAT-3/PTW-3, 2009. 3/5-3/6, Tokyo International Exchange Center (Tokyo, Japan)
  - ⑨ 岡本拓, 安田公一, 塩田忠, “TZP の超塑性変形における結晶粒子の流跡線解析”, 日本セラミックス協会第 21 回秋季シンポジウム, 2008. 9/17-19, 北九州国際会議場 (福岡)
  - ⑩ T. Okamoto, K. Yasuda, T. Shiota, Y. Matsuo, “Estimation of displacement vector of grains in TZP ceramics during superplastic deformation”, Joint Conference of STAC2 and STSI1, 2008. 5/30-6/1, OVTA (Chiba)
- [図書] (計 1 件)
- ① 岡本拓, 安田公一, 塩田忠, “部門表彰 (優秀講演論文部門) 『TZP セラミックスの超塑性変形における結晶粒子の運動の確率解析』”, 日本機械学会 機械材料・材料加工部門ニューズレター pp41 May (2011)

〔その他〕  
ホームページ等

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

安田 公一 (YASUDA KOUICHI)  
東京工業大学・大学院理工学研究科・准教授  
研究者番号：20191306

### (2) 研究分担者

( )

研究者番号：

### (3) 連携研究者

塩田 忠 (SHIOTA TADASHI)  
東京工業大学・大学院理工学研究科・助教  
研究者番号：40343165

岡本 拓 (OKAMOTO TAKU)  
東京工業大学・大学院理工学研究科・  
博士課程学生  
研究者番号：なし