

## 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3月31日現在

機関番号：16101

研究種目：基盤研究（C）

研究期間：2009～2011

課題番号：21560095

研究課題名（和文）ミクロな視点から覗く結晶界面の変形拘束

研究課題名（英文）Deformation constraint by grain boundary observed with microscopic view point

研究代表者

英 崇夫（HANABUSA TAKAO）

徳島大学・大学院ソシオテクノサイエンス研究部・名誉教授

研究者番号：20035637

研究成果の概要（和文）：

ブリッジマン法で作成した銅双結晶引張試験片およびアルミニウム3重結晶圧縮試験片を用いて、塑性変形後の微視的残留応力を中性子、シンクロトロン放射光およびX線により測定した。結晶粒界の存在により、各結晶中には不均一変形による残留応力場が形成されると共に、結晶方位により異なる残留応力状態が明らかになった。また、多結晶炭素鋼の引張変形材において残留応力の回折面依存性が明らかになり、結晶間での変形に差があることが確認された。

研究成果の概要（英文）：

Cu bi-crystal and Al tri-crystal were made by Bridgman technique. Micro residual stresses in each crystal were measured by neutron, synchrotron radiation and X-rays. Because of the existence of grain boundaries, deformation in each crystal was non-uniform and the distribution of micro residual stress develops within a crystal. Average residual stress was also different among crystals in tri-crystal specimen. Neutron stress measurement of poly-crystalline plane carbon steel revealed that microscopic residual stresses are different among crystalline group.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	1,900,000	570,000	2,470,000
2010年度	1,000,000	300,000	1,300,000
2011年度	700,000	210,000	910,000
総計	3,600,000	1,080,000	4,680,000

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：銅双結晶，アルミニウム3重結晶，結晶粒界，微視的残留応力，放射光応力測定，中性子応力測定，X線応力測定，単結晶応力測定

## 1. 研究開始当初の背景

引張変形試験などの機械的試験は材料のマクロな変形挙動を知る道具であり、材料の強度を工業的に図り得る手段として欠かせない。一方、透過電子顕微鏡（TEM）観察は塑性変形の原因となる転位の様子を観察す

る道具であり、また走査電子顕微鏡（SEM）観察は塑性変形による結晶表面の微視的模様を観察して転位のふるまいを推定する。

他方、X線回折法およびX線応力測定法は現在各種の結晶材料に対して結晶構造解析や残留応力測定のための有力な方法として

周知されている。さらに、最近では中性子回折の研究も進み、その透過性を利用して材料内部の応力測定が可能になっている。X線応力測定および中性子応力測定では結晶格子面の間隔の変化から材料に働くひずみ・応力を測定する。回折線の半幅幅から転位密度を推定する方法もある。その意味で、これら回折法による応力測定法は、電子顕微鏡測定と機械的材料試験の橋渡しをする技術として捉えることができる。

マイクロとマクロの接点を見出すために、本研究ではX線応力測定法および中性子応力測定法を用いて結晶内部の応力測定をする。そのため、従来の回折法を利用する応力測定が多結晶を対象とするものであるのに対して、本研究では単結晶応力測定法を用いる。

## 2. 研究の目的

(1) 結晶界面の力学的作用をマイクロな視点から捉え、方位の異なる結晶同士が作る界面を通してひずみ・応力がどのように伝達されるのか、また変形がどのように拘束されるのかを実験的に理解することを目的とした。

(2) そのために、結晶方位の定まった双結晶試料を用い、塑性変形が粒界面でどのように拘束を受けるのか、また結晶方位が変形の及ぼす効果を残留応力の観点から調べる。

(3) さらに、双結晶を拡張し、方位を異なる3つの結晶からなる3重結晶を用いて各結晶粒の内部の応力測定をする。

(4) また、多結晶試料を用いて変形後の残留応力の回折面依存性を調べる。

## 3. 研究の方法

### (1) 試験材料と試験片の準備

実験に用いた試料は純度 99.99%の純銅および純アルミニウムである。

ブリッジマン炉を用いて銅双結晶およびアルミニウム3重結晶を育成し、図2および図3の形状の銅双結晶とアルミニウム3重結晶を放電加工機により、それぞれ引張試験片と圧縮試験片を作成した。

また、多結晶試料として炭素鋼も用いた。

#### ① 銅双結晶試験片

図1に銅双結晶の試験片形状と90°傾角粒界の模式図を示す。試験片表面は(211)面であり、左右両結晶とも試験片軸に対して45°をなす方向にすべり面があり、バーガースベクトルは表面に平行な方向である。この試験片に30%の引張ひずみを与え、その後表面に現れたすべり線の模様を観察した。

SEMで観察した試料表面にはすべり線が現れるが、結晶Aと結晶Bでのすべり線模様は非対称であった。結晶Bでは均一なすべり線が見られほぼすべり系の変形であることが分かるが、結晶Aでは図2右図に示

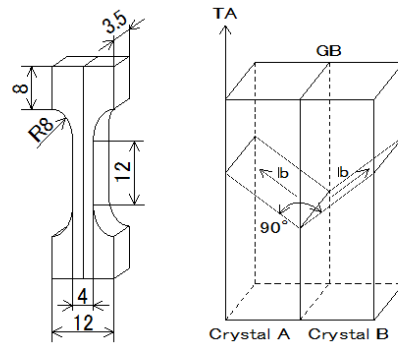


図1 銅双結晶試験片の形状と90°傾角粒界の模式図。試料表面は(112)面

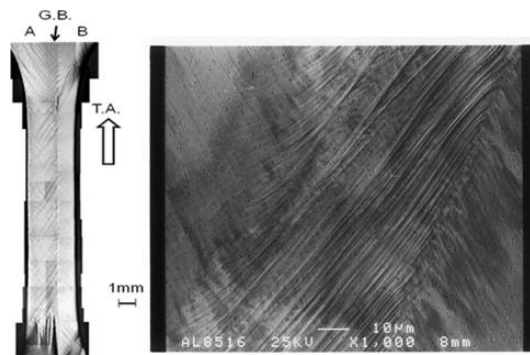


図2 結晶Aに現れたキック帯とその周りのすべり線

すように変形マトリクスの中に幅の狭いキック帯が発生し、その中では2次すべり系が働いている。

この試験片の表面において、試料のほぼ中央で結晶粒界に直角な線上で両結晶の残留応力をシンクロトロン放射光により測定した。SPring-8のBL13XUビームラインを用い、照射領域は0.1mm×0.16mmであった。測定に用いた回折面はCu(420)である。

#### ② アルミニウム3重結晶の試験片

図3にアルミニウム3重結晶の圧縮試験片形状を示す。また3つの結晶の結晶方位を図4に示す。アルミニウム3重結晶の結晶方位は、各結晶間に特定の方角関係を有してはいない。

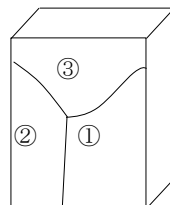


図3 アルミニウム3重結晶圧縮試験片

この試験片に約3%の圧縮変形を与え、X線および中性子による残留応力測定に供した。X線応力測定では直径0.5mmのコリメ

ータを使用し、中性子応力測定では 1mm×1mm の視野制限スリットを用いた。

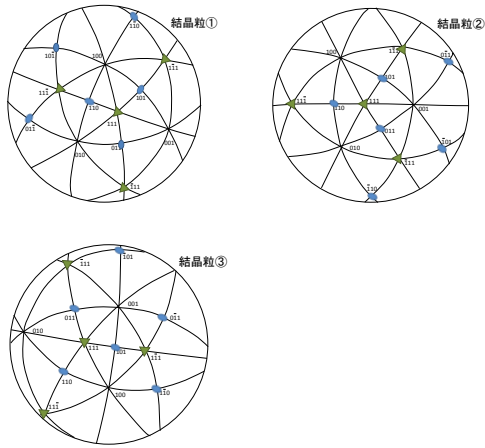


図4 アルミニウム3重結晶の結晶方位

③ 炭素鋼の引張試験片

多結晶試料を用いて変形後の残留応力の回折面依存性を調べるために低炭素鋼 (SS400) および中炭素鋼 (S45C) の引張試験片を用意し、焼鈍した後それぞれ約 20%、約 15%までの引張塑性変形を与えて残留応力測定に供した。

(2) 単結晶応力解析の方法

3つの座標系を定義する。第1は試料座標系座標 ( $P_i$ )、第2は結晶系座標 ( $C_i$ )、第3は実験室系座標 ( $L_i$ ) である。 $L_3$ は回折ベクトルの方向であり、この方向の法線ひずみ ( $\epsilon_{33}^L$ )が回折により測定される。

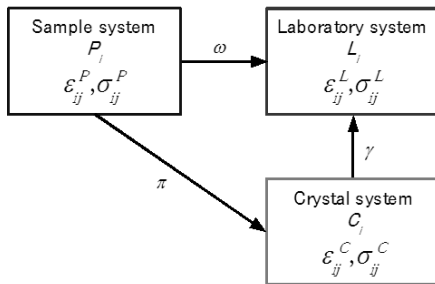


図5 試料系、結晶系および実験室系の座標間の関係

$L_3$ 方向の  $\epsilon_{33}^L$ は結晶系において定義される  $\epsilon_{ij}^C$ により次の式で定義される。

$$\begin{aligned} \epsilon_{33}^L &= \gamma_{3i}\gamma_{3i}\epsilon_{ij}^C \\ &= \gamma_{31}^2\epsilon_{11}^C + \gamma_{32}^2\epsilon_{22}^C + \gamma_{33}^2\epsilon_{33}^C + 2(\gamma_{32}\gamma_{33}\epsilon_{23}^C + \gamma_{33}\gamma_{31}\epsilon_{31}^C + \gamma_{31}\gamma_{32}\epsilon_{12}^C). \end{aligned}$$

面心立方晶の場合、結晶系におけるひずみと応力の関係は次式で表される。

$$\left. \begin{aligned} \epsilon_{11}^C &= (s_{11} - s_{12})\sigma_{11}^C + s_{12}(\sigma_{11}^C + \sigma_{22}^C + \sigma_{33}^C) \\ \epsilon_{22}^C &= (s_{11} - s_{12})\sigma_{22}^C + s_{12}(\sigma_{11}^C + \sigma_{22}^C + \sigma_{33}^C) \\ \epsilon_{33}^C &= (s_{11} - s_{12})\sigma_{33}^C + s_{12}(\sigma_{11}^C + \sigma_{22}^C + \sigma_{33}^C) \\ 2\epsilon_{23}^C &= s_{44}\sigma_{23}^C \\ 2\epsilon_{31}^C &= s_{44}\sigma_{31}^C \\ 2\epsilon_{12}^C &= s_{44}\sigma_{12}^C \end{aligned} \right\}$$

また、結晶系と試料系の応力成分は

$$\sigma_{ij}^C = \pi_{ik}\pi_{jl}\sigma_{kl}^P.$$

で関係づけられる。

中性子応力測定の場合は試料内部の応力の測定であり、一般に3軸応力状態であるから、独立した6つ以上の方位の格子ひずみの測定から6個応力成分が求まる。一方、X線応力測定の場合は平面応力状態の測定であるから3個以上の方位の測定でよい。

4. 研究成果

(1) シンクロトロン放射光による銅双結晶の残留応力測定

図6に30%塑性変形を与えた試料から得られた{420}回折線のステレオ投影図を示す。結晶Aと結晶Bはそれぞれ試料軸(すなわち結晶粒界)に対してはほぼ45°傾斜しており、両者はほぼ90°をなす関係にある。

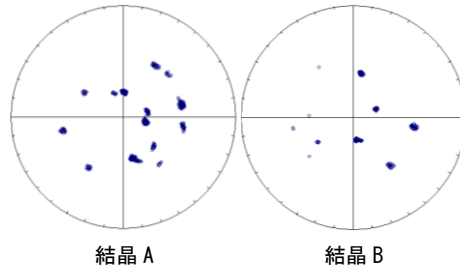


図6 銅双結晶の変形後の極点図

結晶Bでは各極は変形前と比較しても広がりが少ない。それに対して、結晶Aでは図3に示されたようにキンク帯を含む複雑な変形のため、各極が広がっている様子が見られ、かつ、10°程度異なった2方位の極グループとして観察される。すなわち、図2に示されるようにキンク帯と変形マトリクスが互いに方位を異にしていることが明らかである。

図7はシンクロトロン放射光による結晶Aおよび結晶Bの変形マトリクス内部の残留応力を粒界と直角な方向に測定して分布をとったものである。粒界に平行な方向の応力 ( $\sigma_{11}$ )および粒界に直角方向の応力 ( $\sigma_{22}$ )は共にほぼ同じ傾向にある。粒界近傍では圧縮応力、そして粒界から離れるにしたがって引張方向に働くことが観察された。

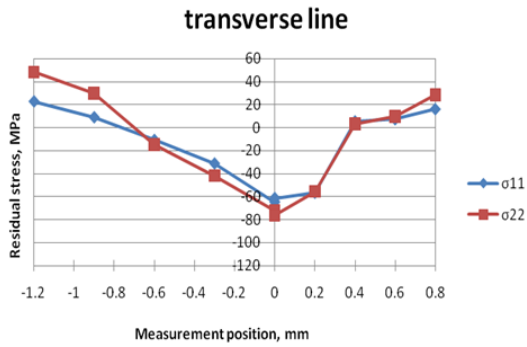


図7 粒界に垂直な方向の線上に沿って測定した変形マトリクス内部の残留応力分布

表1は結晶Aの変形帯およびキंक帯の残留応力の比較を示す。特に粒界に沿う方向の応力 $\sigma_{11}$ は両領域で大きく異なり、キंक帯では大きな圧縮応力を示す。2次すべりが発生して変形による組織変化が複雑になったことで応力集中が高くなったと考えられる。

表1 結晶Aの変形帯およびキंक帯の残留応力の比較

結晶	測定領域	残留応力, MPa		
		$\sigma_{11}$	$\sigma_{22}$	$\sigma_{12}$
A	変形マトリクス	13	-83	88
	キंक帯	-163	-35	73

変形の複雑さは回折線幅の増大によっても示される。結晶A, 結晶B共に変形マトリクスでは回折線半価幅が $0.15^\circ$ 程度であるのに対してキंक帯では $0.21^\circ$ に広がり、照射領域内で回折に寄与するドメインが細分化された結果、結晶方位の幅広い分布の存在が明確である。

(2) 中性子回折によるアルミニウム3重結晶の残留応力測定

図3に示すアルミニウム3重結晶に約3%の圧縮塑性変形を与え、試験片の厚さ方向に対して中央部分の面内で、中性子回折による応力測定を行った。

図8に $\sigma_{11}$  (圧縮軸方向応力),  $\sigma_{22}$  (圧縮軸に直角方向の応力),  $\sigma_{33}$  (試料表面法線方向応力) およびミーゼス応力を示す。赤から青にかけて引張から圧縮に変化している様子を表している。

この結果から全体の特徴を掴むことは難しいが、塑性変形により3つの結晶それぞれに3軸応力状態の残留応力が発生していることが分かる。残留応力の状態はそれぞれの結晶によって異なるものの、ミーゼス応力が小さい値であることから、ほぼ静水圧応力状態に近い挙動を示しているように見える。

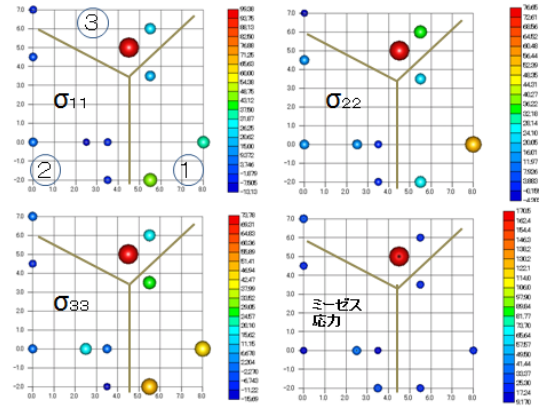


図8 アルミニウム3重結晶に3%の圧縮塑性変形を与えたのちの中性子回折による残留応力測定の結果

(3) X線によるアルミニウム3重結晶の残留応力測定

中性子応力測定に用いた3重結晶試料を用いて、X線回折による試料表面の残留応力分布を調べた。

図9に $\sigma_{11}$  (圧縮軸方向応力),  $\sigma_{22}$  (圧縮軸に直角方向の応力),  $\sigma_{12}$  (試料表面方向のせん断応力) およびミーゼス応力を示す。この結果から、X線回折で測定される試料表面の残留応力も結晶粒によってその値が異なることが分かる。また、一つの結晶粒内でも場所依存の応力分布がある。

また、表2は各結晶中の残留応力の平均値をミーゼス応力で表示したものである。それぞれの結晶中の平均応力は明らかに異なっており、結晶方位の違いがすべり変形の差を引き起こし、それによって結晶粒ごとの転位分布などの差が生じた結果、残留応力値に違いが生じたものである。

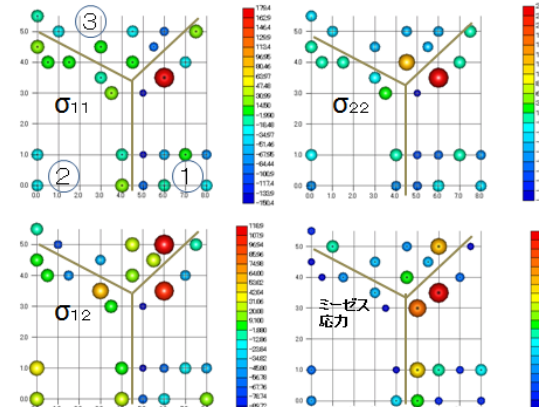


図9 アルミニウム3重結晶に3%の圧縮塑性変形を与えたのちのX線回折による残留応力測定の結果

表2 アルミニウム3重結晶に発生した各結晶中の残留応力の平均値 (ミーゼス応力で表示)

	結晶1	結晶2	結晶3
ミーゼス応力, (MPa)	121	51	111

図 10 は結晶粒界を通して互いに隣り合う結晶粒中の残留応力の関係を示すものである。結晶 1 と結晶 2 の粒界を挟んで粒界に直角方向の線上での  $\sigma_{11}$  の分布は、結晶粒 1 では粒界近傍で大きな圧縮残留応力になっているが、結晶粒 2 においては粒界近傍でほぼ無応力状態となっている。すなわち残留応力の不連続性が生じている。それに対して、結晶粒 2 と結晶粒 3 の粒界（圧縮軸に対してほぼ垂直な結晶粒界）では、その粒界に沿って  $\sigma_{11}$  はほぼ同一の残留応力である。すなわち、負荷された応力軸に垂直な結晶粒界ではその法線方向の応力の連続性が保たれていることになる。

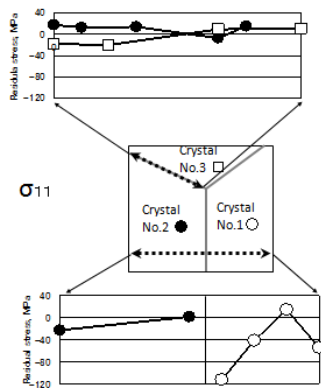


図 10 結晶粒界を通じた残留応力の分布

図 11 は測定された残留応力を主応力表示したものである。結晶粒間で応力値の違いがあるととも主応力方向が異なっていることが明白である。結晶方位の違いにより、働くすべり系の方向が異なる結果としてこのような主応力方向に差が現れる。

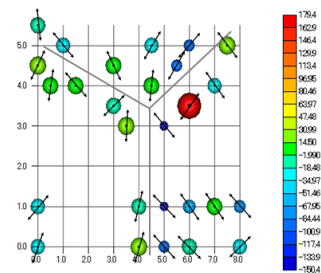


図 11 アルミニウム 3 重結晶の残留応力の主応力表示

#### (4) 中性子による炭素鋼の変形残留応力の測定

多結晶材料の場合は結晶粒界が多数存在し、結晶は互いに結晶方位を異にしているため結晶粒を境に変形が拘束され、その結果として結晶には複雑な応力状態が形成される。一般の多結晶の場合、結晶粒径は数  $\mu\text{m}$  から数  $10\mu\text{m}$  であり、一つの結晶粒の内部の応力分布を捉えることは難しい。そこで、本研究

では結晶粒内の平均的な応力を測定することで結晶方位依存の残留応力測定を行い、回折面  $\{hkl\}$  による残留応力依存性を中性子応力測定により観察した。

多結晶に対する中性子回折を使って応力を解析するには、試料軸に対して 3 つの主方向についての格子ひずみ  $\varepsilon_1$ ,  $\varepsilon_2$  および  $\varepsilon_3$  を測定することにより、Hooke の法則を使って  $\sigma_1$ ,  $\sigma_2$  および  $\sigma_3$  を算出する。

図 12 および図 13 は低炭素鋼 SS400 および中炭素鋼 S45C に引張塑性変形を与えた後に測定したフェライト相中の残留応力測定の結果である。残留応力の発生を引張塑性変形の関数として表しており、 $\{200\}$  回折、 $\{211\}$  回折そして  $\{110\}$  回折から得られた結果である。

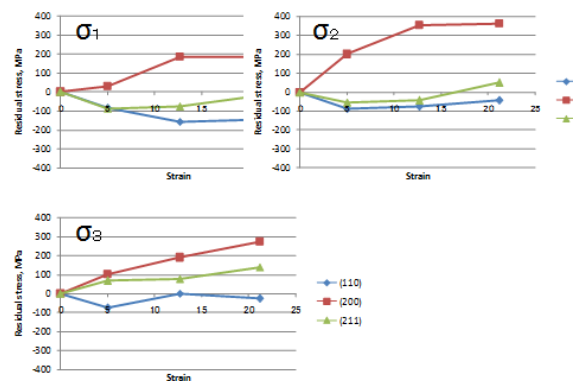


図 12 低炭素鋼 SS400 の引張変形後の残留応力の回折面依存性

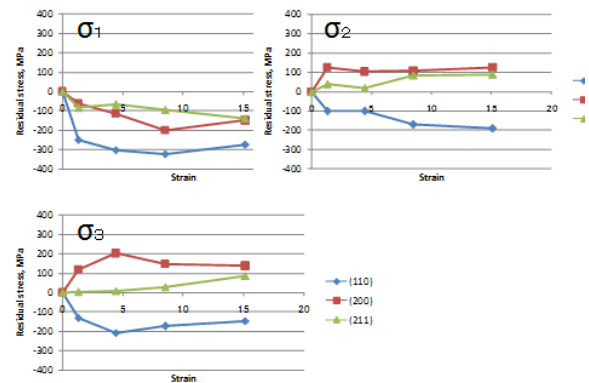


図 13 中炭素鋼 S45C の引張変形後の残留応力の回折面依存性

これらの結果から、残留応力は塑性変形の増加に伴って大きくなり、引張軸方向のみならず、それと直角方向の成分も増加した。形成される残留応力の値は回折面により異なる傾向を示し、 $\{200\}$  回折面から得られる応力は引張、 $\{110\}$  面から得られる応力は圧縮、そして  $\{211\}$  面から得られる応力はそれらの中間の値になった。また、中炭素鋼の残留

応力は低炭素鋼の応力に比べて全体的に圧縮側に移行した。これはセメントタイト相の存在による相応力の影響であり、セメントタイト相に引張応力そして母相のフェライト相に圧縮の残留応力が発生することによる。

#### 5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計3件)

① Ayumi Shiro, Takao Hanabusa, Tatsuya Okada, Masayuki Nishida, Kazuya Kusaka, Osami Sakata, Measurement of Micro Residual Stress Near The Grain Boundary in Copper Bycrystal, *Advanced Materials Research*, 査読有, Vols. 89-91, 2010, pp.515-520.

② Takao Hanabusa, Ayumi Shiro, Tatsuya Okada, Residual Stress Measurement around the Interface of Copper Bicrystal Deformed by Uniaxial Extension, *Advances in Science and Technology*, 査読有, Vol. 64, 2010, pp. 125-134,.

③ Takao Hanabusa, Ayumi Shiro, Muslih Refai, Masayuki Nishida, Diffraction Plane Dependence of Micro Residual Stresses in Uniaxially Extended Carbon Steels, *Atom Indonesia*, 査読有, Vol.36, No.3, 2010, pp. 95-136,.

〔学会発表〕(計9件)

① 城 鮎美, 塑性変形させた金属双結晶残留応力/ひずみ測定, 中性子・放射光による材料強度評価に関する研究会, 2011. 3. 1, 大田区産業プラザ(東京都)

② Takao Hanabusa, Diffraction Plane Dependence of Micro Residual Stresses in Uniaxially Extended Carbon Steels -The Neutron Stress Measurement-, *International Conference on Materials Science and Technology 2010*, 2010.10.20-21, Serpong, Indonesia.

③ 城 鮎美, 銅双結晶における残留応力測定, 日本金属学会2010年秋期(第147回)大会, 2010. 9. 26, 北海道大学(札幌市)

④ 城 鮎美, 銅双結晶における残留応力の深さ方向依存性, 日本材料学会第44回X線材料強度に関するシンポジウム, 2010. 7. 9, 日本材料学会(京都市)

⑤ Takao Hanabusa, Residual Stress Measurement around the Interface of Copper Bicrystal Deformed by Uniaxial Extension, *CIMTEC 2010*, 2010.6.6-11, Plazzo Dei Congressi (Montecatini Terme, Italy) 招待講演

⑥ Ayumi Shiro, Observation of Micro Residual Stresses near the Grain Boundary in Copper Bicrystal with Schmidt Factor of 0.5, *The 5th International Conference on Mechanical Stress Evaluation by Neutrons and Synchrotron Radiation (MECA SENS V)*, 2009.11.10-12, Hotel Lake View Mito (Mito City, Japan)

⑦ Takao Hanabusa, Diffraction Plane Dependence of Micro Residual Stresses in Uniaxially Extended Carbon Steels -The Neutron Stress Measurement-, *The 5th International Conference on Mechanical Stress Evaluation by Neutrons and Synchrotron Radiation (MECA SENS V)*, 2009.11.10-12, Hotel Lake View Mito (Mito City, Japan)

⑧ 英 崇夫, 鋼の残留応力回折面依存性の中性子回折による観察, 日本材料学会第58期学術講演会, 2009. 5. 24, 愛媛大学(松山市)

⑨ 城 鮎美, 銅双結晶の粒界近傍の残留応力測定, 日本材料学会第58期学術講演会, 2009. 5. 24, 愛媛大学(松山市)

#### 6. 研究組織

##### (1) 研究代表者

英 崇夫 (HANABUSA TAKAO)

徳島大学・大学院ソシオテクノサイエンス研究部・名誉教授

研究者番号: 20035637

##### (2) 研究分担者

岡田 達也 (OKADA TATSUYA)

徳島大学・大学院ソシオテクノサイエンス研究部・教授  
研究者番号: 20281165

西田 真之 (NISHIDA MASAYUKI)

神戸市立工業高等専門学校・機械工学科・教授

研究者番号: 80332047

日下 一也 (KUSAKA KAZUYA)

徳島大学・大学院ソシオテクノサイエンス研究部・講師  
研究者番号: 70274256

##### (3) 連携研究者

( )

研究者番号:

##### (4) 研究協力者

城 鮎美 (SHIRO AYUMI)

徳島大学・大学院先端技術科学教育部・院生

文屋 宏友 (BUNYA HIROTOMO)

徳島大学・大学院先端技術科学教育部・院生

河野 智哉 (KAWANO TOMOYA)

徳島大学・工学部・学部生