

機関番号：14301

研究種目：若手研究 (B)

研究期間：2009年度～2010年度

課題番号：21760586

研究課題名(和文) 光学的全視野ひずみ計測法を利用した超微細粒材料における“くびれ進展挙動”の解析

研究課題名(英文) Analysis of necking behavior in ultrafine-grained material by optical strain measurement

研究代表者

寺田 大将 (TERADA DAISUKE)

京都大学・大学院工学研究科・助教

研究者番号：80432524

研究成果の概要 (和文)：「光学的全視野ひずみ計測法」を利用した計測システムを確立し、平均結晶粒径の異なるアルミニウムを用いて引張試験を行い、くびれ進展挙動を調べた。平均粒径  $1.7\mu\text{m}$  以上の試料では、破断伸びが 30%以上を示した。これらの試料では、くびれ発生直後は、試験片平行部全体が変形しており、変形が進むにつれ変形する部分が狭くなり、破断直前に局所的なくびれが生じて破断に至った。一方、 $0.24\mu\text{m}$  の平均粒径の材料は、破断伸びが 9%と非常に小さく、くびれ発生直後に試験片平行部のごく狭い領域で進展し破断した。以上のことから、粒径が  $1\mu\text{m}$  以下の非常に小さい場合には、粒径が大きい場合よりも、くびれ変形が一部で急激に進展するために破断延性が低下することが明らかとなった。

研究成果の概要 (英文)：Necking behavior in tensile test of ultrafine grained aluminum was analyzed by full-field optical strain measurement method. Fracture strain was larger than 30% in the aluminum whose mean grain size was larger than  $1.7\mu\text{m}$ . In the specimens, most of the gage region of tensile specimen was deformed when necking started. The necking region became narrower with increasing the tensile strain. The specimen having mean grain size of  $0.24\mu\text{m}$  showed fracture strain of 9%. The necking region of the specimen with grain size of  $0.24\mu\text{m}$  was narrower than that of the specimens whose mean grain size was larger than  $1.7\mu\text{m}$ .

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	2,700,000	810,000	3,510,000
2010年度	900,000	270,000	1,170,000
総計	2,600,000	1,080,000	4,680,000

研究分野：材料工学

科研費の分科・細目：材料工学・材料加工・処理

キーワード：超微細粒材料、延性、力学特性、くびれ進展挙動、光学的全視野ひずみ計測法

## 1. 研究開始当初の背景

近年、金属材料に非常に大きな塑性加工を加える「巨大ひずみ加工法」を利用して結晶粒径が数百 nm 以下の超微細粒材料を作製する手法が確立された。この超微細粒材料は、従来の通常粒径材料（粒径  $10\mu\text{m}$  以上）と比較し、2～4倍もの引張強度を示すことが明

らかとなっている。この超微細粒材料は、元素の添加に頼ることなく高強度を達成できるため、「希少元素の枯渇問題」や「リサイクル性の向上」といった社会のニーズに応え、環境負荷の低減に大きな役割を果たすことができる。このような視点から、超微細粒材料は、次世代の構造材料としての応用が期待されている。

超微細粒材料が抱えている実用化への最も大きな障害は、超微細粒材料が示す低延性である。例えば、引張試験では10%程度の非常に小さな伸びしか示さない。この超微細粒材料の低延性の原因は、引張変形の初期に“くびれ”が発生し、早期に破断するためと考えられている。この低延性の改善に関して、Al-Fe-Si合金に強ひずみ加工を施し、超微細粒組織にした場合、最大引張応力後の伸び（局部伸び）の増大により約20%もの伸びを示し、高強度と高延性が両立可能なことが明らかとなった。最大引張応力を示すときに“くびれ”が発生することから、局部伸びの増大には、くびれの進展挙動が大きく影響すると推測される。以上のことから、超微細粒材料の低延性改善に局所伸びの活用が有効であり、その局所伸びの制御のためには、くびれの進展挙動を制御する必要があるといえる。しかしながら、超微細粒材料のみならず、通常粒径材料に関しても、くびれ進展挙動の制御に関する報告例は非常に少ない。

## 2. 研究の目的

延性改善にくびれ進展挙動の制御を利用するためには、材料組織とくびれ進展挙動の関係を明らかにする必要がある。しかしながら、前節で述べたようにその報告例は少ない。これは、くびれ進展挙動の定量的な測定が困難であることがひとつの要因である。例えば、一般的な力学特性の評価試験である引張試験で得られる応力-ひずみ曲線は、試料全体の变形挙動の平均としての情報しか得られない。くびれ発生以降の局部伸びは試料の中の一部のみで变形が進行する不均一变形である。そのため、引張試験のみでは、くびれ進展挙動を評価することが困難である。そこで、本研究では、局所変位の測定法として「光学的全視野ひずみ計測法」に着目した。この方法では、引張試験中の試験片を CCD カメラ等により連続的に撮影し、画像解析により試験片の局所変位をミクロンオーダーで測定することで、観察視野内の局所ひずみ分布を定量的に求めることができる。

以上のことより、本研究では、引張試験中の試験片の变形挙動を定量的に評価可能な「光学的全視野ひずみ計測法」を利用した測定システムを確立して、平均結晶粒径の異なる試料を用いて、そのくびれ進展挙動と結晶粒径との関係について検討した。

## 3. 研究の方法

(1) 「光学的全視野ひずみ計測法」を利用した測定システム

引張試験機に高分解能 CCD カメラを取り付け、0.1 秒毎に引張試験片の映像を PC ヘデジタル画像として保存できる測定システムを構築した。図 1 に引張試験片とカメラの概略

を示した模式図を示す。

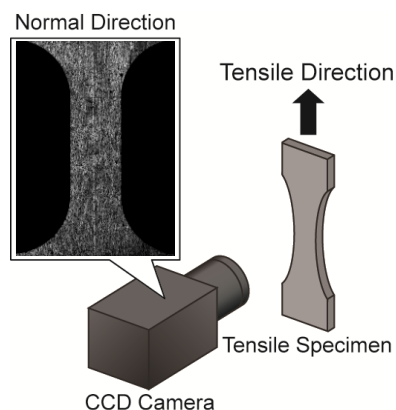


図 1 引張試験片と CCD カメラの関係を示す模式図

本研究では、平板型の引張試験片を用いて、引張試験中試験片平行部全体の画像を記録するようにした。

CCD カメラの分解能では、1 ピクセルが  $11\mu\text{m}$  に相当し、平行部長さ  $10\text{mm}$  の引張試験片に対し、公称ひずみで約 0.1% の分解能を得ることができる。さらに、画像処理でサブピクセル処理を行うことで、1 ピクセルの  $1/10$  の分解能を得ることで、 $1\mu\text{m}$  の変位（公称ひずみ 0.01%）に相当する微小な変形を測定することが可能となる。

局所ひずみの測定には、「光学的全視野ひずみ計測法」のひとつである画像相関法を利用したひずみ計測を行った。この方法では、例えば、引張試験中に撮影した“画像 1”と画像 1 を記録した時間から 1 秒経過した“画像 2”をピクセル単位で比較することにより、1 秒間に画像 1 中の任意の点が画像 2 中でどのように移動したのかを求める方法である。そのようにして求めた局所的な変位から、局所ひずみを算出することが可能となる。本研究では、デジタル画像のデータを読み込み、ピクセルの輝度情報をもとに画像内の全視野について局所ひずみの分布を計算する解析プログラムを作成した。

(2) 種々の平均結晶粒径を有する試料の引張試験

工業用純アルミニウム (A1100, 純度 99%) に巨大ひずみ加工のひとつである ARB 法を施し、平均結晶粒径  $0.24\mu\text{m}$  の試料を作製した。その試料に、焼鈍を施すことで、平均結晶粒径が、 $1.7\mu\text{m}$ 、 $4.0\mu\text{m}$ 、および  $18\mu\text{m}$  の 3 種類の試料を作製した。引張試験片は、JIS5 号引張試験片の  $1/5$  の大きさ（行部長さ  $10\text{mm}$ 、平行部幅  $5\text{mm}$ ）とし、引張荷重軸が圧延方向に平行となるように放電加工機により切り出した。試験片上には、画像相関法による変位

測定のために黒色塗料のスプレーを噴霧してランダムパターンを作製した。引張試験の条件は、初期相対ひずみ速度  $8.3 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ 、試験温度は室温とした。引張試験中は、図1に示すように試験片平行部全体を0.1秒ごとに撮影し、記録されたデジタル画像と解析プログラムを用いて局所ひずみ分布を求めた。

#### 4. 研究成果

各試料の組織について EBSD 測定により、ND 方向の大角粒界（方位差  $15^\circ$  以上）の粒界間隔  $d^{HAGB}$  を求めた。それぞれの試料の  $d^{HAGB}$  は、 $0.24 \mu\text{m}$  (ARB 加工材)、 $1.7 \mu\text{m}$ 、 $4.0 \mu\text{m}$ 、および  $18 \mu\text{m}$  であった。以後、それぞれの試料を、 $0.24 \text{mm}$  材、 $1.7 \mu\text{m}$  材、 $4.0 \mu\text{m}$  材、および  $18 \mu\text{m}$  材と呼ぶこととする。

図2にそれぞれの試料の公称応力-公称ひずみ曲線を示す。ARB まま材である  $0.24 \text{mm}$  材は、2%のひずみで最大応力を示し、急激な応力低下の後、9%で破断した。 $1.7 \mu\text{m}$  材では、降伏後にリュウダース変形を示し、その後、18%で最大応力を示した。 $4.0 \mu\text{m}$  材、および  $18 \mu\text{m}$  材は、降伏後に加工硬化を示し、それぞれ 27%、26%で最大応力を示した。

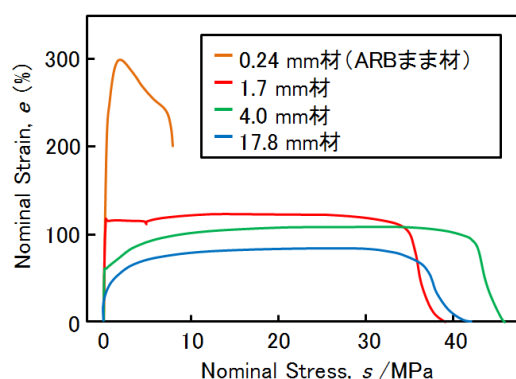


図2 作製した種々の平均結晶粒径を有するアルミニウムの応力-ひずみ曲線

図3に  $0.24 \mu\text{m}$  (ARB 加工材) のくびれ発生以降の局所ひずみ分布の変化をカラーマップとして示す。水平方向が引張方向となっている。局所ひずみの解析には、引張試験中に撮影した引張試験平行部のデジタル画像を用いた。試験片平行部で引張方向、引張と垂直方向にそれぞれ 10 ピクセル毎に測定点を設定し、それぞれの測定点の変形後の位置を解析することで変位を求め、各測定点における局所ひずみを求めた。例えば、 $0.24 \mu\text{m}$  材の場合には、測定点として 3906 個の測定点（引張方向 93 点 x 引張垂直方向 42 点）を用いて解析を行っている。

ところで、公称応力-公称ひずみ曲線で最大応力を示すとき、くびれが発生し、くびれ

変形が開始する。そこで、くびれ進展中のひずみ分布を調べるために、応力最大を示したときの画像と、その後、試験片平行部の公称ひずみが 1.25% 増加した画像を比較し、局所ひずみを計測した。すなわち、最大応力を示してから、さらに 1.25% の変形した間に、試験片平行部のどの部分がどれだけ変形したのか、局所ひずみの分布を示している。図3 (a) は、くびれ発生後から 1.25% 変形した後、(b) ~ (d) は、くびれ発生後から、それぞれ 1.25~2.5%、2.5%~3.75%、3.75%~5.0% の変形の間局所ひずみ分布を示している。図中の色は引張方向の各測定点での局所ひずみを示しており、青色に近いほどひずみが小さく、赤色に近いほどひずみが大きく、局所ひずみが 5% 以上を赤色で示している。

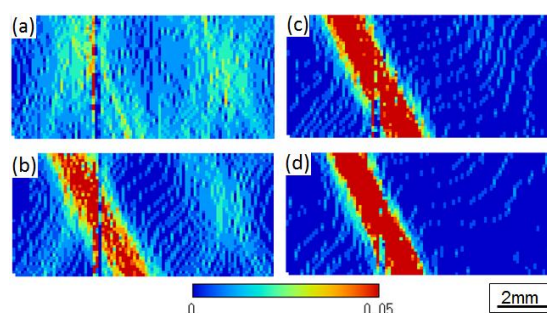


図3  $0.24 \mu\text{m}$  材の局所ひずみ分布カラーマップ。それぞれの図は、(a) ひずみ発生~1.25%、(b) 1.25~2.5%、(c) 2.5%~3.75%、(d) 3.75%~5.0% にそれぞれ対応する局所ひずみを示している。

図4を見ると、くびれ発生直後に、わずかに変形が集中している部分がみられる。その後、(b) ~ (d) と変形が進むにつれて、引張方向に対して斜めに傾いた帯状の局所ひずみが高い部分が見られた。各図での平行部のひずみ量が 1.25% であるのに対し、帯状に局所ひずみが集中している部分では、最大 12% の非常に大きなひずみ量を示した。

同様の解析を  $1.7 \mu\text{m}$  材、 $4.0 \mu\text{m}$  材、および  $18 \mu\text{m}$  材に対して行った結果を、図4~6に示す。ただし、ここでは局所ひずみの解析を 2.5% ずつの間隔で行った。図4、5を見ると、くびれ発生直後は、試験片平行部のほぼ全領域が変形していることが分かる。変形が進むにつれ、一部の領域に局所ひずみが集中を始め、くびれ発生から 10% 変形したところで平行部のほぼ中央の部分に引張方向と垂直にひずみ分布の高い部分がみられる。また、10% 変形した場合の、局所ひずみの最大値は、 $1.7 \mu\text{m}$  材、 $4.0 \mu\text{m}$  材でそれぞれ 6.5%、7.5% であった。以上の結果より、 $0.24 \mu\text{m}$  材では、くびれ発生直後から、著しい局所ひずみの集中が見られたのに対し、 $1.7 \mu\text{m}$  材、 $4.0 \mu\text{m}$  材では、比較的均一な変形挙動を示しているこ

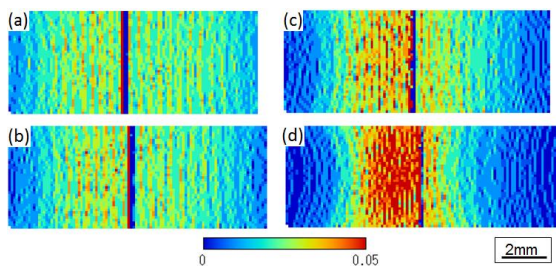


図4 1.7 $\mu\text{m}$ 材の局所ひずみ分布カラーマップ。それぞれの図は、(a)ひずみ発生 $\sim$ 2.5%、(b)2.5 $\sim$ 5.0%、(c)5.0% $\sim$ 7.5%、(d)7.5 $\sim$ 10%にそれぞれ対応する局所ひずみを示している。

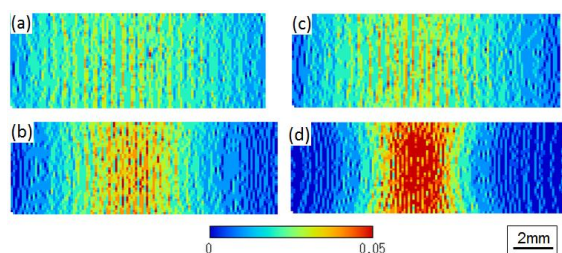


図5 4.0 $\mu\text{m}$ 材の局所ひずみ分布カラーマップ。それぞれの図は、(a)ひずみ発生 $\sim$ 2.5%、(b)2.5 $\sim$ 5.0%、(c)5.0% $\sim$ 7.5%、(d)7.5 $\sim$ 10%にそれぞれ対応する局所ひずみを示している。

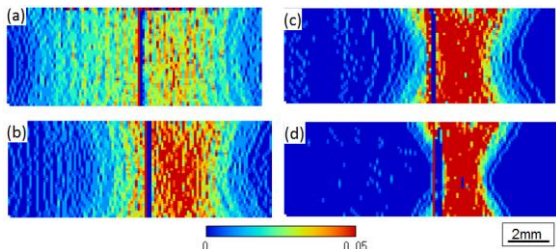


図6 18 $\mu\text{m}$ 材の局所ひずみ分布カラーマップ。それぞれの図は、(a)ひずみ発生 $\sim$ 2.5%、(b)2.5 $\sim$ 5.0%、(c)5.0% $\sim$ 7.5%、(d)7.5 $\sim$ 10%にそれぞれ対応する局所ひずみを示している。

とが分かる。

図6で示した18 $\mu\text{m}$ 材では、図4、図5と比較すると局所ひずみの集中がみられるが、図3で示した0.24 $\mu\text{m}$ 材では、くびれ発生から1.25%変形後に明瞭な帯状の局所ひずみが集中している部分がみられるのに対し、18 $\mu\text{m}$ 材では、5%以上変形後に局所ひずみの集中が見られた。また、平行部の変形が2.5%に対して、局所ひずみの最大値は、39%であった。

以上の結果より、ARBまま材である0.24 $\mu\text{m}$ 材では、引張変形中にくびれが発生すると、その直後からごく狭い領域でくびれが進展するのに対し、結晶粒径が1 $\mu\text{m}$ 以上の試料で

は、くびれ発生直後の変形は試験片平行部全体で進行し、徐々に局所ひずみが集中し始め、一部に集中することが明らかとなった。

このような組織の違いによるくびれ進展挙動の違いを定量的に示した報告は、これまでになされておらず、くびれ変形挙動について新しい知見が得られた。今後、組織とくびれ進展挙動の関係について、より詳細を調べることにより、くびれ変形を制御することによる延性改善を目指すための知見が得られるものと期待される。

## 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)

[学会発表] (計1件)

寺田大将、堀井元気、和田守正祥、辻 伸泰、「画像解析を利用した引張試験中の不均一変形の定量評価」日本鉄鋼協会第158回秋季講演大会 2010年9月15-17日

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

寺田 大将 (TERADA DAISUKE)  
京都大学・大学院工学研究科・助教  
研究者番号：80432524

### (2) 研究分担者

なし ( )

研究者番号：

### (3) 連携研究者

なし ( )

研究者番号：