

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 29 年 6 月 20 日現在

機関番号：82108

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2014～2016

課題番号：26420750

研究課題名(和文) ニッケルアルミナイド単結晶の圧延異方性に関する研究

研究課題名(英文) Study on irregular rolling deformation in single crystals of nickel aluminide

研究代表者

出村 雅彦 (DEMURA, Masahiko)

国立研究開発法人物質・材料研究機構・構造材料研究拠点・特別研究員

研究者番号：10354177

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,800,000円

研究成果の概要(和文)：ニッケルアルミナイド単結晶で現れる不整な圧延変形の起源を解明するために、独自、不整な圧延変形を模擬する手法を開発した。これまでに報告した3つの単結晶のケースについて活動しているすべり系を定量化し、理想的な圧延変形の場合に働く必要があるすべり系と比較することで、活動が抑制されていたすべり系、また、同時に働くことができるすべり系を特定した。これらすべり系の活動はある特定のすべり系相互作用によって制御されていると仮定すると、矛盾なく説明できることがわかった。

研究成果の概要(英文)：This study was aimed at clarifying the mechanism for an irregular rolling deformation, which appears in single crystals of nickel aluminide. We have originally developed a method to quantify the slip systems activated in the irregular rolling deformation, based on the computational crystal plasticity. For three cases of single-crystal rolling experiments we have already reported, we quantified the activated slip systems and compare them with those that should be activated in an ideal rolling deformation, i.e. under the plane strain condition. From the comparison, we identified what slip systems were constraint and proposed a hypothesis that a specific kind of the interaction of slip systems are responsible for this constraint in the nickel aluminide.

研究分野：材料学

キーワード：金属間化合物 ニッケルアルミナイド 結晶塑性変形 圧延 集合組織 単結晶 計算機シミュレーション

1. 研究開始当初の背景

金属間化合物は脆いことで知られているが、脆さの原因を取り除き、加工できるものがある。その代表例が Ni_3Al である。 Ni_3Al は fcc 構造を基礎とする比較的単純な L1_2 と呼ばれる構造を有し、fcc 金属と同様、 $\{111\}\langle 110 \rangle$ すべりで変形する。我々は、一方向凝固した Ni_3Al の高い延性に着目して、これを圧延して Ni_3Al 箔を作製することに成功した [Demura et al. Intermetallics, vol. 9, 2001, p. 157]。

一方向凝固材の圧延を繰り返す中で、 Ni_3Al の圧延性が結晶方位に強く依存することに気がついた。特に高い圧延率(厚さの減少率)まで圧延できる方位は、試した範囲では $\langle 100 \rangle$ 方向に限られていた。

対称性の低い $\langle 112 \rangle$ 方向で圧延した例では、板が幅方向に広がったり、ひし形に歪んだりする現象が見られ、理想的な圧延変形からかけ離れた異常な変形が起こっていた。

このような圧延性の強い結晶方位依存性や方位によって現れる不整な圧延変形は、通常の fcc 金属では見られず、従来の塑性変形理論でも直ちに理解することは難しい。

本材料の圧延整形性を向上させるためには、不整な圧延の起源を明らかにする必要がある。そのためには、材料内部で圧延時にどのようなすべり変形が起こっていたかを定量的に明らかにし、それを元に、理想的な圧延変形に必要なすべり変形を抑制するメカニズムを考察する方法が有効と考える。しかし、実験的な観察手法では圧延中のすべり変形を定量化するのは難しく、計算機実験を援用した研究アプローチが必須と考えた。

2. 研究の目的

本研究では、 Ni_3Al 単結晶で起こる不整な圧延の起源を明らかにすることを目的とする。そのために、圧延中に活動したすべり系を定量化する計算機手法を開発する。その上で、理想的な圧延に必要なすべり系の活動量と比較検討することで、本材料において、すべり系を抑制するメカニズムを考察する。

3. 研究の方法

3-1. 解析対象の実験結果

筆者のグループで報告している [Kishida et al. Phil. Mag., vol. 83, 2003, p. 3029]、不整な圧延変形の 3 例に対して、解析を行った。具体的には、圧延方向が $\langle 112 \rangle$ に平行でそれぞれ異なる圧延面法線方向を有する 3 つの単結晶化学量論組成 Ni_3Al 単結晶試料を用いた圧延実験であり、試料番号、圧延前および終了時の方位、圧延率、幅広がり、について表 1 にまとめた。また、それぞれの試料を圧延した際の外観の変化を図 1 に示している。

3-2. 活動すべり系定量解析の方法

不整な圧延変形を模擬する方法として、変形勾配テンソルを変形で生じる結晶回転を再



図 1. Ni_3Al 単結晶の不整な圧延

[Kishida et al. Phi. Mag. vol. 83, 2003, p. 3029.]より引用

| Specimens | Initial | Destination | Reduction (%) | Widening (%) |
|-----------|--|---------------------------------------|---------------|--------------|
| B1-46-1 | (0.82 0.53 0.23) [-0.49 0.43 0.76] | (0.80 0.60 0.06) [-0.35 0.39 0.85] | 40 | 9 |
| B2-41-2 | (0.88 0.21 0.42) [-0.47 0.40 0.79] | (0.85 0.18 0.50) [-0.51 0.55 0.66] | 37 | 19 |
| B3-45-1 | (0.87 -0.15 0.48) [-0.35 0.49 0.80] | (0.83 0.19 0.53) [-0.51 0.64 0.58] | 48 | 30 |

表 1. 対象とした 3 つの単結晶圧延試料の圧延前後の結晶方位、並びに、圧延率および幅広がり率

現するように最適化する方法を考案した。図 2 は変形勾配テンソルの最適化について模式的に示したものである。変形勾配テンソルのうち、3 つの対角成分については、圧延率、幅広がり率の測定値(表 1)から、体積不変の仮定の元、決定できる。非対角成分のうち 3 つについては、長手方向が圧延方向に平行、また、板表面が圧延面に平行であるという仮定のもと、0 と置ける。最後に、残った 3 つの非対角成分について、実際の結晶格子回転が再現できるように、Simplex 法を用いて最適化を行った [Nelder et al. 1965]。最適化のためのコードは python 上で自作した。

3-3. 結晶塑性計算の方法

単結晶試料を用いて単一すべりのせん断応力-せん断ひずみ特性を計測した。その上で、これを再現できるような塑性変形モデルとして、現象論粘塑性すべりモデルを選択し、必要な現象論パラメータを最適化した。その際、ひずみ速度依存性に特に注意し、これを歪み速度急変試験によって詳しく調査し、実験で得られた歪み速度急変に対する応力応答の大きさを再現できるように、歪み速度感受性係数を決定した。さらに、加工硬化に係るパラメータを実験で取得できた歪み範囲について再現できる値となるように決定した。全ての結晶塑性計算はマックスプランク鉄鋼研究所で開発された DAMASK を用いて行った。

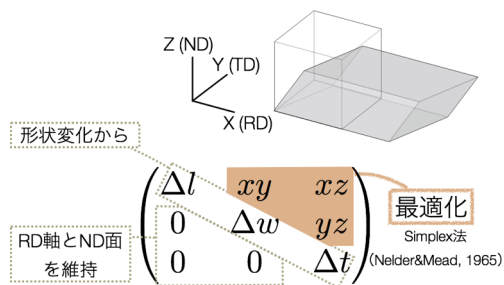


図 2. 変形勾配テンソルの決定の仕方

| Sample | xy | yz | zx | Deviation from exp. final orientation |
|---------|-------|-------|------|---------------------------------------|
| B1-46-1 | 0.53 | 0.10 | 0.15 | 0.0 |
| B2-41-2 | -0.55 | -0.24 | 0.06 | 0.0 |
| B3-45-1 | -0.38 | -0.11 | 0.08 | 2.6 |

表 2. 最適化した変形勾配テンソルの非対角成分と実験圧延後結晶方位とのずれ

3-4. すべり系の表記

すべり系の表記には Bishop-Hill の方法を採用した。すべり面を a, b, c, d とし、その上にある 3 種類の <110> 方向を 1, 2, 3 と表現する方法である。図 3 に表記関係を図示した。

4. 研究成果

4-1. 変形勾配テンソルの最適化

対象とする 3 つの不整な圧延について、これを模擬するように最適化した変形勾配テンソルの 3 つの非対角成分を表 2 に示す。この変形勾配テンソルを用いて計算した場合の最終方位は、実験値と 0-2.6° の範囲で一致した。また、サンプル先端のせん断変形形状の方向も、推定した変形勾配テンソルで示される方向と一致した。本手法によって、不整な圧延における活動すべり系の解析が可能となったと考える。

4-2. すべり変形の定量解析

表 3 に B1-46-1 の場合の解析結果として、各すべり系の積算すべり量を比で表現した。a2, b1, b2 の 3 つのすべり系が主に働いていたと推定される。このほかの滑り系は全て 5% 以下の寄与しかない。

比較として、平面歪み状態、すなわち理想的な圧延変形で、変形が生じた場合の解析結果もまとめてある。理想的な圧延変形が行われるためには、a2, b1, d1 の 3 つがほぼ等価に働く必要があり、さらに a3 も 10% 程度働くことが必要であることがわかる。

両者を比較すると、実際に起こった不整な圧延変形では、d1 の活動が著しく抑制され、代わりに、b2 が働くようになっていたことがわかる。これに対して、a2 と b1 は変化が少

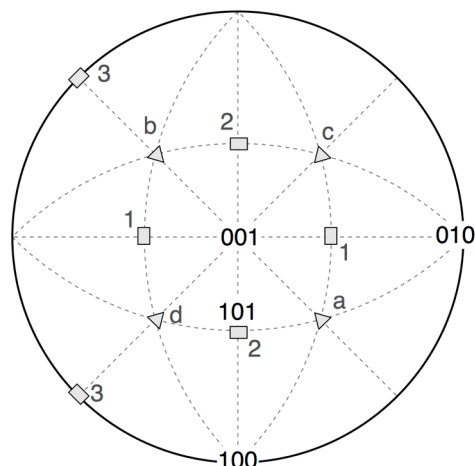


図 3. Bishop-Hill のすべり系表記

ないことがわかる。

この結果が仮に、すべり系同士の二体間相互作用で説明できるとすると、d1 が抑制されていた結果は、a2 か b1 と同時に働くことができないためと解することができる。すなわち、a2-d1 あるいは b1-d1、または、その両方の二体間相互作用が強いため、d1 が働くことができなかったと考えるわけである。

強い相互作用に加えて、弱い相互作用についても仮説を立てることができる。すなわち、a2-b1, a2-b2, b1-b2 は弱い相互作用であるために、この 3 つのすべり系が同時に働くことができたと考えることができる。

同様に、B2-41-2 及び B3-45-1 についても、不整な圧延変形の中で活動していたすべり系を定量的に解析した(表 4 と表 5)。その上で、理想的な圧延で働く必要があったすべり系と比較し、抑制されていたすべり系、同時に働くことができるすべり系の組み合わせを特定し、これを説明できる強い相互作用、弱い相互作用の関係を抽出した。

4-3. すべり系二体間相互作用

4-2 で抽出した強い相互作用、弱い相互作用について、分析を進める。fcc 系のすべり系は 12 個あり、二体間相互作用は 144 個の組み合わせが存在するが、対称性から 6 種類に分類することができる。具体的には、自分同士(self)、すべり面共有関係(Coplanar, CP)、すべり方向共有関係(Collinear, CL)、Hirth

| | | | | | | | |
|--------------|------|------|------|------|------|------|------|
| | a1 | a2 | a3 | b1 | b2 | c2 | d1 |
| Optimized BC | 0.05 | 0.34 | 0.00 | 0.32 | 0.22 | 0.04 | 0.00 |
| Plane strain | 0.00 | 0.26 | 0.1 | 0.38 | 0.00 | 0.00 | 0.26 |

□ >10%

表 3. B1-46-1 のすべり系解析結果。最適化された変形勾配テンソルで計算した各すべり系のすべり量を比率で表したものの。比較のため、理想的な圧延変形に対応する平面歪み条件の場合の解析結果を掲載。

| | | | | | | | |
|-----------------------|------|------|------|------|------|------|------|
| | a1 | a2 | a3 | b1 | b2 | d1 | d3 |
| Irregular (optimized) | 0.05 | 0.02 | 0.41 | 0.12 | 0 | 0.31 | 0.06 |
| Plane strain | 0.00 | 0.06 | 0.32 | 0.40 | 0.01 | 0.19 | 0.01 |

□ >10%

表 4. B2-41-2 のすべり系解析結果。

| | | | | | | | | | | |
|---------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | a1 | a3 | b1 | b3 | c1 | c2 | c3 | d1 | d2 | d3 |
| Optimize d BC | 0.14 | 0.43 | 0.14 | 0 | 0.02 | 0.01 | 0.07 | 0.09 | 0.01 | 0.09 |
| Plane strain | 0.03 | 0.44 | 0.30 | 0.06 | 0.01 | 0 | 0 | 0.16 | 0 | 0 |

□ >10%

表 5. B3-45-1 のすべり系解析結果。

不動転位合成関係 (H)、可動転位合成反応関係 (Glissile junction, GJ)、Lomer 不動転位合成関係 (L) である。これらは fcc における二体間相互作用の特徴からつけられた呼び名であるが、ここではこれを使って呼ぶことにする。

表 6 は 3 つの不整な圧延の解析結果から得られた強い相互作用、弱い相互作用について、まとめたものである。ここで、「and」と「or」に注意してほしい。or は強い相互作用の欄に現れるが、この or で結ばれている 2 つ、もしくは 3 つの相互作用は、どれかが強い相互作用であれば、本来理想的な圧延変形で働くべきであったすべり系が抑制されている理由を説明できることを意味している。抑制をもたらしている相互作用の一つに限定できない場合があるということである。

一方、and は弱い相互作用の欄に現れる。これは、ここに記載の全ての相互作用が、すべり系の活動を阻害しないと考えなければ、結果を説明できないということの意味している。

さて、3 つのケースは圧延初期方位が異なるが、いずれも Ni₃Al なので、もしも、二体間相互作用で不整な圧延の機嫌を説明できるならば、この 3 つのケースを矛盾なく説明で

| Specimens | So Strong and restrict simultaneous activation | Not so strong and allow simultaneous activation |
|-----------|--|---|
| B1-46-1 | GL or CL | L, H and CP |
| B2-41-2 | GL | L and CL |
| B3-45-1 | GL, CL or L | CP, H, and L |

表 6. すべり系の抑制、同時活動状況から導き出される二体間相互作用の強弱

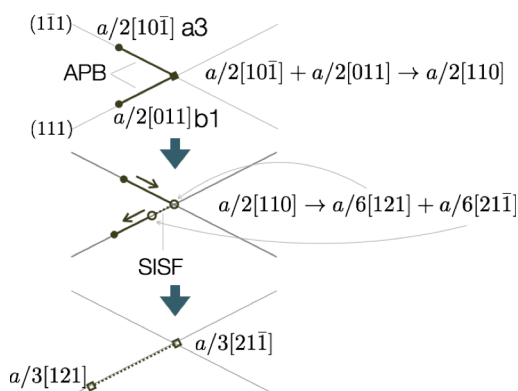


図 4. Ni₃Al において GL の組み合わせの転位対で起こる転位合成反応。

[Chiba&Hanada, Philos Mag A, vol. 69,

きる必要がある。その視点で表を眺めると、強い相互作用の候補として抽出されたもののうち、CL 及び L は、弱い相互作用として抽出されていることから、除外されることになる。その上で、唯一、残った候補が、GL である。また、弱い相互作用では、self と GL を除く全てが抽出されている。self は自分自身の相互作用を意味するが、今回の解析の性格上、弱い相互作用として抽出されないが、これが弱い相互作用であることは自明である。なぜなら、self がすべり系抑制の原因だとすると、圧延方位に関係なく圧延が困難ということになり、これでは圧延しやすい方位としていく方位があるという当該材料の特徴を説明することができないからである。

以上の分析の結果、GL だけがすべり系の活動を著しく抑制すると考えると、今回解析した 3 つのケースの不整な圧延を矛盾なく説明できることが明らかになった。

4-4. Ni₃Al において GL が強い相互作用を持つことの考察

GL は fcc においては転位反応が生じる組み合わせであり、その後生成する転位が元のすべり系のうちの一つのすべり面上に乗ることから、可動転位を生成する組み合わせである。そのため、通常は、強い相互作用をもたらすとは考えにくい。

Ni₃Al において転位反応について考察した Kear&Wilsdorf らの先駆的な研究によると、GL の組み合わせにおいて自由エネルギーを低下させながら複数の反応を経て、イントリニック型の積層欠陥が生成することが理論的に予想されている。これは、Ni₃Al 特有の規則構造に由来する転位反応である。

その後、Chiba&Hanada は、複数のすべり系が活動する変形モード（例えば圧延変形）で積層欠陥が生成する理由を解明する実験研究において、GL の組み合わせから生じたと考えられる積層欠陥を観察している。

図 4 に模式的に GL の組み合わせで生じる複数の転位反応とその結果生成される積層欠陥を挟む部分転位対の構造を表した。この積層欠陥を挟む部分転位対はバーガーズベクトルの長さが大きいと、すべりの抵抗が高く、実質的に不動転位であることが予想される。すなわち、Ni₃Al 特有の規則構造に由来する転位反応によって、GL は不動転位対を生成し、それゆえ、GL の組み合わせにある 2 つのすべり系が同時に働くことが極めて困難であったのではないかと考察される。

このように積層欠陥を生成する GL の組み合わせが強い相互作用として Ni₃Al の圧延能を支配しているという仮説は、本研究によって初めて打ち立てられたものであり、最大の成果と言える。

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)

[雑誌論文] (計 2 件)

- (1) Demura, M.; Raabe, D.; Roters, F.; Eisenlohr, P.; Xu, Y.; Hirano, T.; Kishida, K. Slip System Analysis in the Cold Rolling of a Ni₃Al Single Crystal. Materials Science Forum, 査読有, Vol. 783-786, 2014, pp. 1111-1116.
- (2) Tanaka, R.; Ohhashi, S.; Fujita, N.; Demura, M. Application of electron backscatter diffraction (EBSD) to quasicrystal-containing microstructures in the Mg-Cd-Yb system. Acta Materialia, 査読有, Vol. 119, 2016, pp. 193-202.

[学会発表] (計 2 件)

- (1) 出村雅彦、Dierk Raabe、許亜、平野敏幸. 日本金属学会 2016 年春期講演大会、2016 年 3 月 23 日-25 日、東京理科大学、東京都
- (2) 招待講演 : Demura, M.; Raabe, D.; Roters, F.; Hirano, T. THERMEC 2016, MAY 29th-June 3rd 2016, Graz, Austria.

[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]

ホームページ等

6. 研究組織

(1) 研究代表者

出村 雅彦 (DEMURA, Masahiko)

国立研究開発法人物質・材料研究機構・

構造材料研究拠点・特別研究員

研究者番号 : 10354177

(2) 研究分担者

()

研究者番号 :

(3) 連携研究者

()

研究者番号 :

(4) 研究協力者

()