

中性子線による金属材料の組織と 弾塑性変形挙動の解析(Ⅲ)

—弾塑性変形その場測定—

友 田 陽*

3.1 ミクロ組織に起因する階層的不均質弾塑性変形挙動

金属材料の弾塑性変形は階層的不均質性を示す。FCC単結晶では、負荷応力の増加に伴い、弾性変形(第0段階: 0_s)、容易すべり変形(第I段階: I_s)、多重すべり変形(第II段階: II_s)、動的回復を伴う変形(第III段階: III_s)が現れる。それらの特徴には結晶の弾性異方性とすべり系に対するSchmid因子の大きさに起因した引張方位依存性が現れる。「転位論に基づく変形応力の解明」は進んだが「変形に伴う転位密度・組織の変化」の本質は未解決のまま残されていると指摘されてきた⁽¹⁾⁽²⁾。透過電子顕微鏡(TEM)による転位の直接観察法が発達しその実態が明らかにされ始めた頃、高村先生は「あまりにも微視構造のみに気をとられて、変形の本質である不均質性、特に巨視的な変形帯の形成とその役割が全く看過されている」と指摘され、エッチピット法を用いた試料全体の観察により I_s から II_s への遷移機構を明らかにされた⁽¹⁾。「樹をみて森をみない」という先生の警告は筆者が中性子回折の活用に力を注ぐ原動力のひとつである。

多結晶合金においては個々の結晶粒内の容易すべり変形が結晶粒界の拘束により抑制され、すぐに第II、第III段階になる。降伏強度はその定義によって異なるが、大まかに単相多結晶合金の変形段階を分類すると、弾性変形(0_p)、弾性変形のみで結晶粒とすべりが開始した結晶粒が混在する段階(I_p : Grain to grain yielding stage)、すべての結晶粒ですべ

りが進行する段階(II_p)に分けられる。すべり変形がSchmid因子のみでなく弾性異方性および結晶粒間の塑性ひずみ差に起因する応力分配に支配される様相は、EPSC(Elasto-plastic self consistent)モデル⁽³⁾や3次元結晶塑性有限要素法(FEM)解析によって示されている⁽⁴⁾。ここでは、結晶粒間の塑性ひずみ差に起因する粒応力(Intergranular stress)の役割が大きい。多結晶内の注目する結晶粒の平均塑性ひずみが ϵ_{ij}^p であり、試料全体の平均塑性ひずみが E_{ij}^p の場合に塑性ミスフィットひずみ $(\epsilon_{ij}^p - E_{ij}^p)$ が生み出す内部応力 σ_{ij}^{hkl} は次式で表され⁽⁵⁾、EPSCモデルで使われている。

$$\sigma_{ij}^{hkl} = \frac{2\mu(7-5\nu)}{15(1-\nu)} (\epsilon_{ij}^p - E_{ij}^p) \quad (3.1)$$

ここで、 μ は剛性率、 ν はポアソン比である。個々の結晶粒内の塑性ひずみの不均一性を考慮するにはFEM解析に頼らざるを得ず、統計精度を上げるために数千個の結晶粒を対象にした計算が行われている⁽⁴⁾。

硬質粒子を含む二相合金の加工硬化はEshelbyの楕円体介在物理論を用いたTanaka-Moriの直線硬化⁽⁶⁾⁽⁷⁾が筆者の理解の基本である。母相と第二相間の塑性ひずみ差によって生じる各構成相の平均内部応力が相応力である。すべり系における加工硬化量($\Delta\tau$)は次式で与えられる。

$$\Delta\tau = f\mu A\gamma_p \quad (3.2)$$

ここで f , A , γ_p はそれぞれ第二相体積率、係数、母相のせん断塑性ひずみである。実際の二相合金では界面近傍の塑性緩和によって直線硬化から下方偏倚し、さらに多結晶体では前述の粒応力が相応力に重なるので理論的取扱いは複雑になる

* 物質・材料研究機構・NIMS 特別研究員(〒305-0047 つくば市千現 1-2-1)

Characterization of Microstructures and Elasto-plastic Deformation Behavior of Metals and Alloys using Neutron Beam (3) —*In-situ* Measurements during Elasto-plastic Deformation—; Yo Tomota (Research Center for Structural Materials, National Institute for Materials Science, Tsukuba)

Keywords: neutron beam, diffraction, in-situ measurement, elasto-plastic deformation, poly-crystal, multi-phase alloy

2016年3月30日受理[doi:10.2320/materia.56.296]

が、中性子回折を用いると変形中の相応力と粒応力を逐次測定できる。ここで、両構成相が共に弾性変形のみ領域を段階A、母相が塑性変形し第二相が弾性変形のみ領域を段階Bと呼ぶことにする。段階Bには前述の I_p 、 II_p が重畳する。変態ひずみ、熱膨張率差等に起因する相応力と粒応力を定量測定できることが中性子回折法の魅力である。

第二相も塑性変形しやすい延性二相合金では、前述の段階Bに続いて第二相も塑性変形を起こす段階Cが現れる。筆者は学生時代に田村先生のご指導で延性二相合金の強度・変形・破壊の研究を始めた⁽⁸⁾⁽⁹⁾。DP鋼、低合金TRIP鋼、Q & P鋼、ナノベイナイト鋼等々、強度・延性バランスの向上を目指した新構造材料研究のマイクロ組織は微細多相組織である。森先生が考案された延性二相合金の変形理論を直伝してもらいながら筆者が関連実験と計算を行った方法の基本は、構成相間の塑性ひずみ差に基づく相応力の変化を追うことである。ここで引張軸を x_3 とすれば、延性二相合金の変形応力(σ_{33}^A)は段階Bでは式(3.2)同様に次式で与えられる⁽⁸⁾⁽⁹⁾。

$$\sigma_{33}^A = \sigma_p^I(\epsilon_p^I) + \frac{(7-5\nu)E}{10(1-\nu^2)} f \epsilon_p^I \quad (3.3)$$

ここで、 $\sigma_p^I(\epsilon_p^I)$ と ϵ_p^I は軟質相の変形応力と塑性ひずみであり、変形の軸対称を仮定して $\epsilon_{33}^I = -2\epsilon_{11}^I = -2\epsilon_{22}^I = \epsilon_p^I$ とした。このときの2つの構成相の相応力は以下ようになる。

$$\text{軟質相: } \sigma_{33}^I = -2\sigma_{11}^I = -2\sigma_{22}^I = -f \frac{(7-5\nu)E}{15(1-\nu^2)} \epsilon_p^I \quad (3.4)$$

$$\text{硬質相: } \sigma_{33}^H = -2\sigma_{11}^H = -2\sigma_{22}^H = (1-f) \frac{(7-5\nu)E}{15(1-\nu^2)} \epsilon_p^I \quad (3.5)$$

段階Cに入ると両構成相の塑性ひずみ差に注目し、各々の変形構成式を満足しながらひずみ増分計算を続けられよい⁽⁸⁾⁽⁹⁾。最近、小山先生は、塑性緩和をセカント法で取り込んだマイクロメカニクス法⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾とフェイスフィールド法を融合させ複雑な任意の二相組織形態から応力-ひずみ曲線を計算されている⁽¹²⁾。中性子回折を用いると各構成相が負担する相応力のモデル計算を検証できるのが強みである。

中性子回折によって塑性ひずみは求められないが、塑性変形によって導入された転位に関する知見は得ることができ。従来は半値幅のみを使う初歩的な方法が使われ曖昧であった。転位線の応力場をもたらす回折ピーク幅がりへの影響は、TEMによる転位観察と同じく入射ビーム方向と転位のバーガースペクトル、転位線接線ベクトルと弾性係数に依存する。近年、これらの計測条件を取り込み、多くの回折ピークを一括フィッティングして、転位の密度、配列、性格(刃状とらせん成分の割合)を導出するCMWP(Convolutional Multi Whole Profile fitting)法が開発された⁽¹³⁾。Ungár先生のご指導を受けながら試みたところ、従来法に比べて説得力のある結果が得られることがわかった⁽¹⁴⁾。この方法の利用によって、変形機構の理解のみでなく、加工熱処理における変態直前の母相転位組織の同定に基づく変態機構の理解等において中性子回折の魅力がさらに増すと期待される。

以下では、单相多結晶鋼、硬質第二相を含む多結晶鋼、延性二相鋼の引張と引張圧縮変形その場中性子回折実験について紹介する。なお、頁数制限と最近執筆した解説⁽¹⁴⁾⁻⁽¹⁷⁾との重複を減らすため図は最小限に留めた。

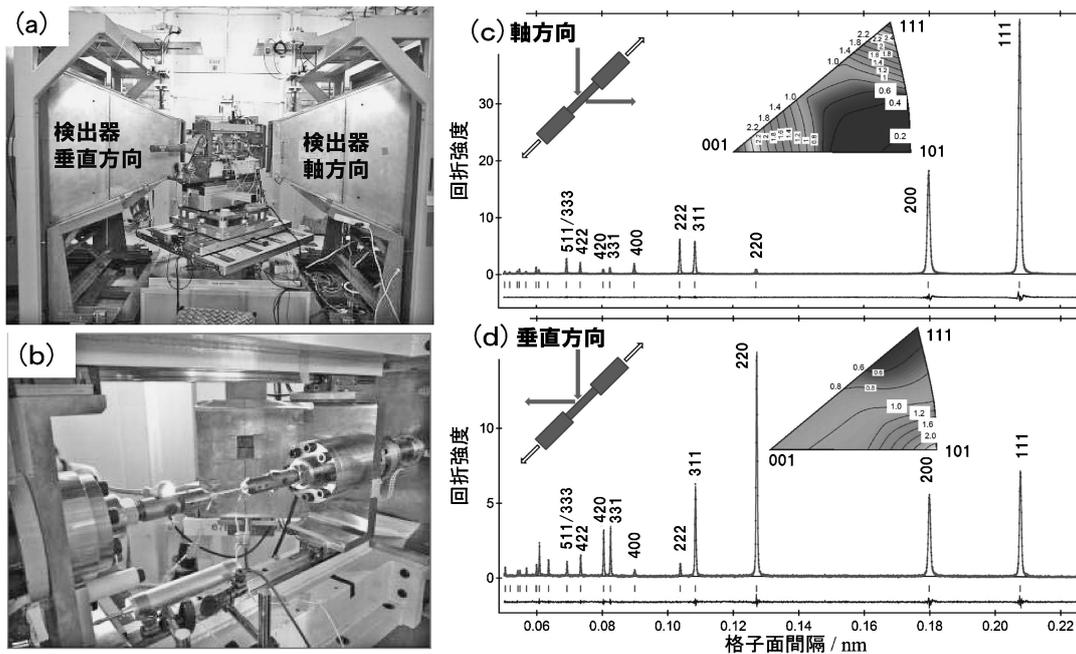


図3.1 オーステナイト鋼の引張試験中その場中性子回折：(a) 匠/J-PARCにおける実験外観；(b) 引張試験部の詳細；(c) 変形後の軸方向回折プロファイル(図中の数字はミラー指数)；(d) 同垂直方向。

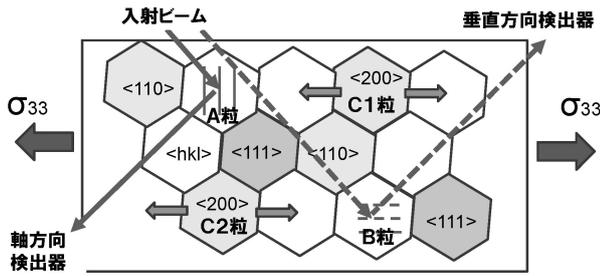


図3.2 単相多結晶体における中性子回折に関する結晶粒群の特徴.

3.2 単相多結晶合金における引張変形挙動

中性子回折による時分割測定には、パルス中性子ビームを使って多数の回折ピークを多方向から同時に取得できるTOF法が有利である。単軸変形中その場中性子回折実験には、図3.1⁽¹⁸⁾(前頁)に示すように入射ビームに対して±90°に検出器を設置し、荷重軸が水平で45°になるように試験機を設置すれば、試験片の軸方向および垂直方向の回折パターンを同時に測定できる。前々回の図1.3⁽¹⁹⁾に示したように粒ひずみ、相応力、巨視的応力を変形中にその場測定できる。塑性変形途中のオーステナイト(γ)鋼の例を図3.1(c), (d)に示す。引張前は軸とその垂直方向の回折パターンがほぼ同じで集合組織の弱い試料であったが、図の変形後の結果では両者のスペクトルが大きく異なっている。応力主軸2方向を同時に測定できるため軸対称変形の場合は前々回の式(1.3), (1.6)から相応力の同定が可能である。図3.2において、2つの検出器で計測される中性子は、たとえばA粒とB粒で散乱ベクトルが軸あるいは垂直方向に垂直な{hkl}で回折されたビームである。言い替えると、引張方向が<200>の結晶粒C1とC2の回折ビームは軸方向検出器に入り200回折ピークを構成する。結晶粒C1とC2の軸方向の結晶方位は同じであるが、その垂直方向には360度の自由度がある。したがってC1, C2のような<200>粒群(family grains)の垂直方向の格子ひずみを測定することは不可能であるため、前々回⁽¹⁹⁾のHookeの式が使えない。軸方向<200>粒群に属する個々の結晶粒は周囲の結晶粒の方位は異なるがほぼ同じ変形条件下にある。ところが垂直方向<200>粒群では、個々の結晶粒の引張方向の方位が異なるので、様々な変形条件でそれらに作用する粒ひずみは異なる。したがって、軸方向と垂直方向の200回折プロファイルを比べると粒ひずみ(すなわち面間隔)がほぼ等しい軸方向ではピークシフトが大きい、垂直方向ではラインブロードニングが大きくなると考えられる。後出のCMWP法による転位密度の同定では軸方向よりも垂直方向の解析結果が大きく出る傾向がある。

引張変形に伴うγ鋼の111回折ピークの変化を図3.3⁽²⁰⁾に示す。軸方向と垂直方向の縦軸のスケールが異なることに留意すると変形前のプロファイルはほぼ同じで集合組織の弱い試料である。変形の進行に伴って①ピークシフト、②ラインブロードニングと③回折積分強度の変化がみられる。①は粒

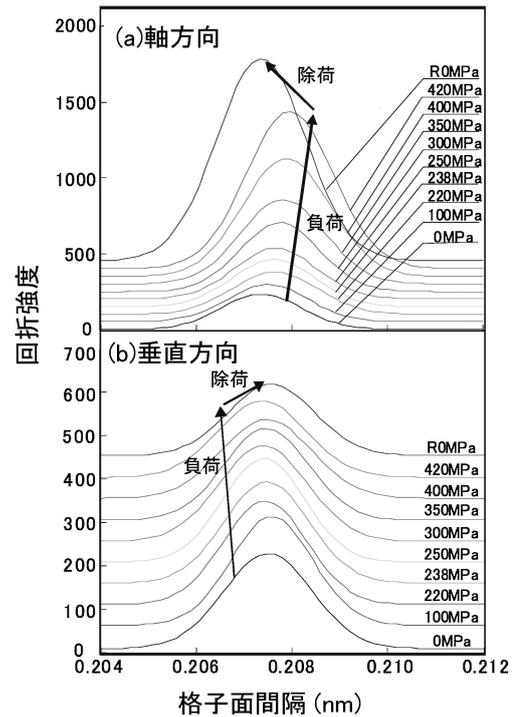


図3.3 オーステナイト単相鋼の引張変形に伴う111回折ピークの変化(図中のR0MPaは変形後除荷時を表す)。

ひずみで軸方向と垂直方向の動きが逆である(ポアソン効果)。代表的な3つのhkl回折プロファイルから算出した粒ひずみの傾向を図3.4⁽¹⁸⁾に示す。前章で説明したように 0_p , I_p , II_p の変形段階が見られる。γ鉄は弾性異方性が強いので弾性変形域 0_p において結晶方位に依存する弾性ひずみ(応力)の差異が顕著である。 I_p , II_p の途中から除荷すると早く降伏した粒には式(3.1)から軸方向に圧縮、遅い降伏の粒には引張の弾性ひずみ(応力)が残留する。挿入図のようにEBSD/Wilkinson法を用いると変形に伴って結晶粒内の応力分布のみでなく結晶方位による粒間の相違も観察され⁽²¹⁾、両者の傾向は同じである。

変形材の転位密度を図1.9⁽¹⁹⁾で説明したCMWP法を用いて解析した例を図3.5に示す。塑性変形およびその後の焼鈍に伴う平均転位密度の変化を図2.9⁽²²⁾のように転位の配列と性格を含めて追跡することができる。ここでは、最近のUngárらの方法⁽¹⁴⁾⁽²³⁾を使って、転位コントラスト因子の理論値とプロファイルフィッティングにより求めた実測値(individual contrast factor)から<hkl>結晶粒群ごとの転位密度を算出した。KAM(kernel average misorientation)値の逆極点図に似て、<110>と<211>では転位密度にかなり差がある。TEM観察で経験するように転位配列(組織)が結晶方位によって異なると予想されるが、個々の<hkl>結晶粒群の転位配列(M)や性格(q)を導出する解析手法はまだ開発されていない。Ungárら⁽²³⁾は、図3.4のような粒ひずみから{111}<110>すべり系に作用するせん断応力(τ)を見積り、図3.5のような転位密度(ρ)を使ってTaylorの式： $\tau = \tau_0 + \alpha\mu b\sqrt{\rho}$ に

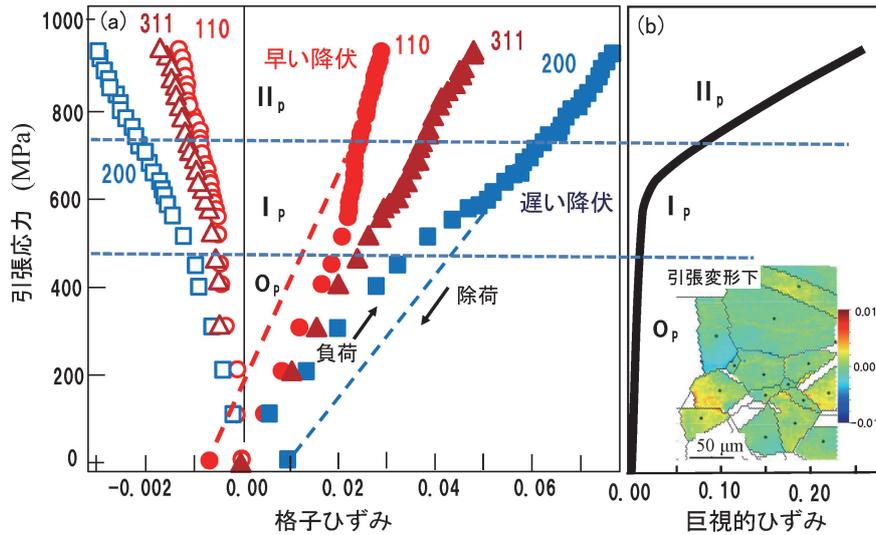


図3.4 オーステナイト単相鋼の引張変形中その場中性子回折結果：(a) 格子ひずみの変化(中実マークは軸方向，中空マークは垂直方向)，(b) 応力-ひずみ曲線(挿入図は EBSD/Wilkinson 法による軸方向線ひずみ分布)。

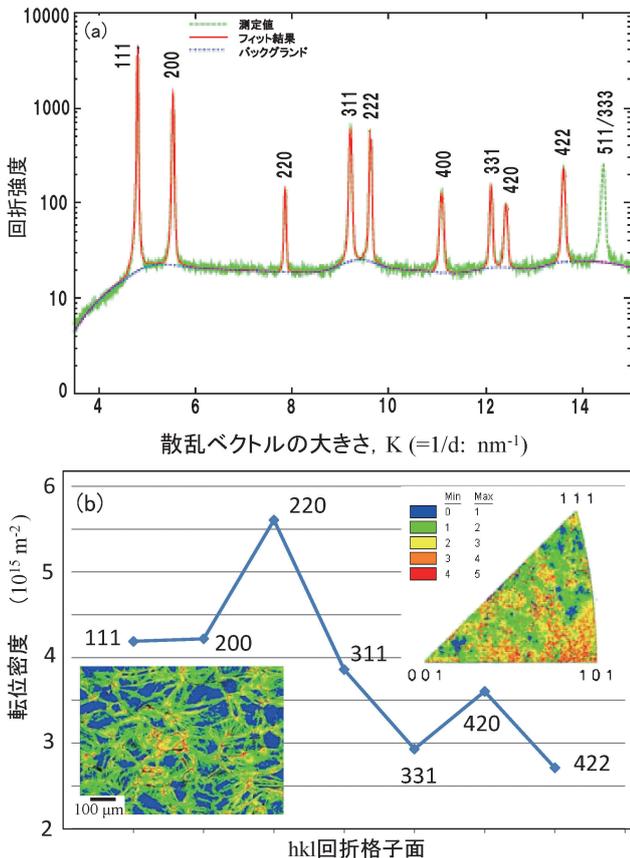


図3.5 引張変形(40%)を受けたオーステナイト鋼の転位密度：(a) CMWP 解析例，(b) $\langle hkl \rangle$ 結晶粒群の転位密度(挿入図は15%引張変形試料表面の KAM 値分布とその逆極点図)。

よるデータ整理を行い，係数 α が引張方位に依存することを示している(ここで， τ_0 は摩擦応力)。彼らの結果によると，係数 α は $\langle 531 \rangle$ と $\langle 210 \rangle$ では 0.47 であるが， $\langle 100 \rangle$ ，

$\langle 110 \rangle$ ， $\langle 111 \rangle$ は 0.27, 0.21, 0.24 と小さい値を示し，多結晶体中でも単結晶の特徴を色濃く残している。なお，係数 α は転位組織に依存し，Mughrabi は転位セル構造との関係を考察して composite model を提案している⁽²⁴⁾。

焼入れマルテンサイト鋼には変態で転位が多量に導入されている。従来の半値幅法を用いると，変形に伴って転位密度が減少するのに変形応力は増大するという不可解なデータ整理になっていたが，最近，CMWP 法解析を用いることによって半値幅の減少は転位密度の変化ではなく転位組織(配列)の変化によることが明らかにされた⁽²⁵⁾。さらにプロファイルの非対称性から，ラスマルテンサイトは塑性変形し易い領域と困難な領域から構成され，前者では変形に伴って転位密度が若干減少するが後者では増加することが示されている⁽²⁶⁾。

3.3 硬質第二相を含む合金の変形挙動

フェライト(α)とセメンタイト(θ)から構成されるパーライト鋼は強伸線加工によって引張強さ 6.2 GPa(鉄鋼材料における最高強度)まで硬化し， θ 球状化によって 0.6 GPa 程度まで軟らかくすることができる重要な工業材料である。図 3.6 に示す⁽²⁷⁾⁻⁽²⁹⁾ように，弾性変形の段階 A の後， α 相が降伏して段階 B に入ると α 相の格子ひずみの増加が止まり θ 相の格子ひずみが急に増加する，すなわち応力分配が生じる。ラメラ間隔が小さいほど強度が高いが，格子ひずみから見ると α 相(層)のすべり距離が小さくなって強化されるためであることがわかる。 α 相の $\langle hkl \rangle$ 粒群の粒ひずみを調べると，相応力に粒応力(ひずみ)が重なっている様子を解析できる。伸線加工度が増し強度が 2.5 GPa を超えると， θ ピークが消失し， α 相の非線形弾性変形挙動が明瞭に観察されるようになる(一般に強度が著しく高くなると線形 Hooke の式から偏倚し非線形弾性変形が見られる)。

3.4 延性二相から構成される合金の変形挙動

α - γ 二相ステンレス鋼では、前章の段階 A, B に続いて両構成相が共に弾塑性変形を続ける段階 C が現れる。図3.7に引張圧縮変形の真応力-ひずみ曲線と格子ひずみの変化を示す。これは、かなり以前に角度分散(AD)法を用いた実験で、 α 110と γ 111を同時に一次元位置敏感型検出器で同時測定した結果⁽³⁰⁾⁽³¹⁾である。段階 Bにおいて引張応力の増加に伴い γ の格子ひずみの増加が停滞し、 α の格子ひずみが大きく増加しているため、 γ が降伏して塑性変形を開始し α は弾性変形を続けていると判断される。この段階 Bに続いて、応力対格子ひずみプロットの勾配が変化することから段階 Cに入ったと推定される。この状態から外力を反転させると、除荷中にすでに圧縮塑性変形が開始することが応力-ひずみ曲

線に見られる。格子ひずみの変化をみると、除荷状態(図の矢印)において γ には圧縮、 α には引張のひずみが残留している。圧縮荷荷が始まると硬質相である α はしばらく弾性変形のみであるが、軟質相である γ は初期から塑性変形をしている。引張変形で γ に発生した圧縮相応力が引張のときは抵抗(逆応力)となるが圧縮荷荷に転ずると塑性変形を促進するためである。したがって、圧縮荷荷では、最初から γ が塑性変形を始めているので段階 Aは存在せず、すぐに段階 Bが始まっている(B'とする)。やがて α も圧縮塑性変形を始めるのでC(C')段階に入る。その後、図の点NPで α と γ の格子ひずみが等しくなる。これは優先的に引張塑性変形を受けた γ が圧縮塑性変形によって α と同じ塑性ひずみ状態になった(粒応力ゼロ)ことを示している。その後、再び γ が優先的に圧縮塑性変形を受け応力分配が生じる。このように相応力には方向性があるので、大きな移動硬化(パウシンガー効果)をもたらすことが、その場中性子実験結果から理解される。さらに、変形中にマルテンサイト変態が生じるTRIP鋼等では階層的不均一変形に加えて変態挙動をその場中性子回折で計測することができる⁽³²⁾。

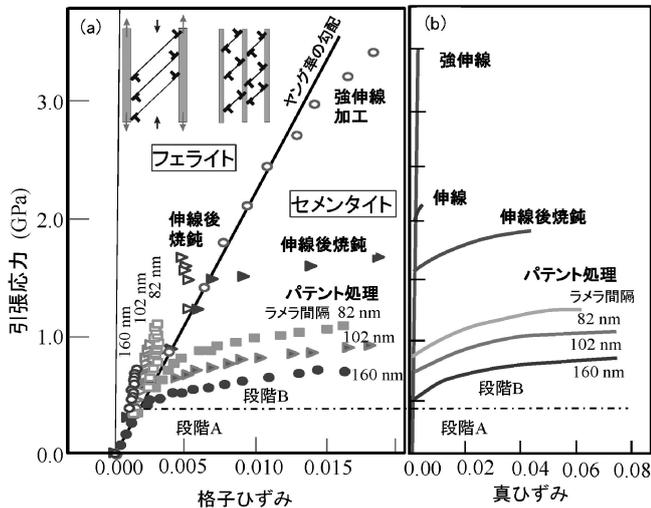


図3.6 パーライト鋼の引張変形に伴う格子ひずみの変化(a)と応力-ひずみ曲線(b)。

3.5 おわりに

本稿では鉄鋼材料の例を取り上げて中性子回折による変形機構の研究例を説明したが、アルミニウム合金やチタン合金等にも適用できる。動的再結晶や動的変態、低サイクル疲労等、現象が複雑になるほどTEM観察等のみでは巨視的力学応答を定量的に明らかにするのは難しく、ナノ・マイクロ因子のグローバル平均値が計測できる中性子回折の有用性が高くなる。

本稿が研究開発最前線で活躍されている若手・中堅研究者の皆様が中性子回折を試みていただけるきっかけになれば幸いである。(完)

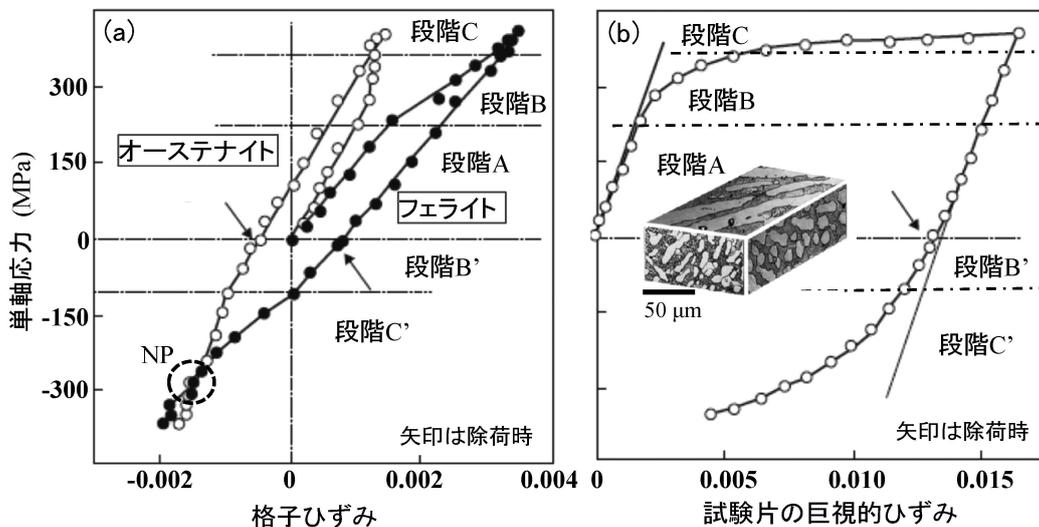


図3.7 二相ステンレス鋼の引張圧縮変形における格子ひずみの変化(a)と応力-ひずみ曲線(b)。挿入写真は試料のマイクロ組織観察結果。

