

鉄鋼材料の多軸加工による転位蓄積と組織微細化メカニズムの解明

研究代表者 北見工業大学工学部 教授 大橋鉄也

共同研究者 物質・材料研究機構 主任研究員 井上忠信

1. はじめに

金属材料の加工熱処理において、せん断変形の付与による組織微細化効果は最近多くの注目を集めている。しかし固体力学の観点に立てば、せん断変形は単に引張と圧縮の組み合わせられた2軸変形を座標系を回転して観察したものにすぎず、せん断変形によって組織微細化がもたらされる基本的なメカニズムは定かでない。これに関連したもうひとつの重要な現象は、加工途中に加工方向を変化させると組織微細化効果が促進されることである。このことは、加工方向が変化しない単調な変形によって導入される転位は（たとえそれが高密度であっても）再結晶核・変態核などの形成に有効に生かされないことを想像させる。しかし、非単調な変形が金属組織中にどのような転位組織をもたらし核の微細分散に寄与するのか、一見単調に見えるせん断付与圧縮加工がなぜ微細化効果を生むのか、などの基本的な疑問が残ったままである。加工量と加工モードの組み合わせを最適化して効率よく材質を制御するには、これらの疑問点を解明しなければならない。

本研究では鉄鋼材料を対象に、圧縮加工にせん断を付与することによって生ずる「物質点の回転」に注目し、有限要素解析によってそれを定量的に評価する。結晶粒に課される荷重条件（荷重方向）が加工の進行とともに回転すると、結晶の変形を担う主要なすべり系が変化する。このときに生ずる結晶の多重すべり変形と転位の蓄積を結晶塑性解析で求める。結晶塑性解析では正負の転位が局所的にほぼバランスした「統計的に蓄積する転位（SS転位）」とバランスしていない「幾何学的に必要な転位（GN転位）」の両者が求められるが、高温下の加工では、SS転位は熱活性化過程によって急速に対消滅すると考えられる。したがって加工によるひずみエネルギーは、熱的により安定なGN転位の形で材料中に蓄積してゆくと考えられるので、結晶塑性解析結果のうちとくにGN転位の蓄積の詳細を明らかにする。また加工前後の材料組織をEBSD、SEM、TEMを用いて観察し、数値解析結果と比較するとともに、ひずみエネルギーの高密度蓄積サイトに多数の核が形成されたときの最終的な組織形態についても検討する。

2. アンビル圧縮試験によるせん断付与圧縮加工の模擬と微細組織⁽¹⁾

組織の微細化に対するせん断付与圧縮加工の効果を定量的に評価するために、Ni-30Fe合金を一对のアンビルによって圧縮加工する試験を行い、加工後の微視組織の観察を行う。またあわせて、アンビル圧縮加工によって試料に導入されるひずみの分布や成分を求めるために、有限要素

法を用いた変形解析を行う。

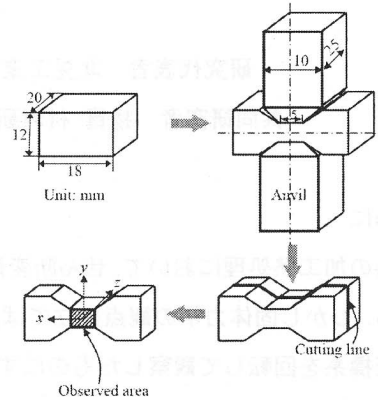
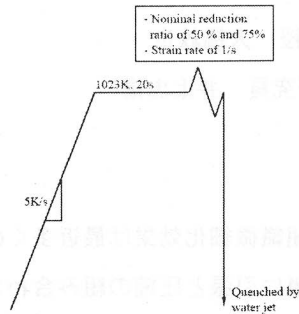


Fig. 1 Hot compression process

Fig. 2 Schematic drawing of the compression test

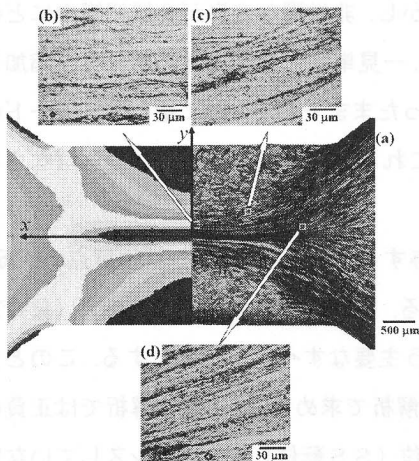


Fig. 3 Optical micrographs of the specimen after 75% deformation at 1023K.

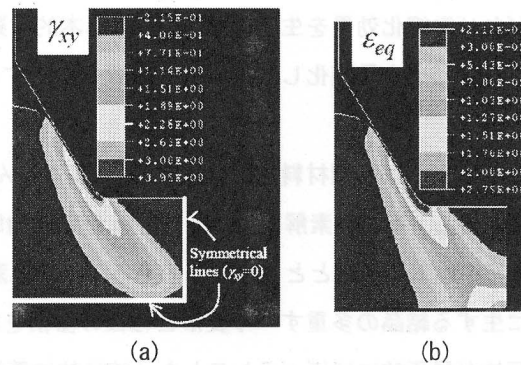


Fig. 4 Contour maps of the plastic shear strain (a) and plastic equivalent strain (b) after 50% compression.

Fig. 1はアンビル圧縮加工における加工熱処理過程を示している。試料を1023Kまで昇温し20秒間保持した後、ひずみ速度1で50または75%（公称値）の圧縮加工をし、室温まで水冷する。Fig. 2はこのプロセスによる変形を模擬的に図示したもので、試料の中央部ではせん断変形の無いほぼ純粋な圧縮変形が生ずる一方、中央部から離れアンビルの肩部に近づくほど、試料には圧縮とともに大きなせん断変形が導入される。Fig. 3は75%圧縮した試料の断面組織写真である。アンビルとの接触面直下の組織は、粒径約90 μ mの粗大オーステナイト組織である一方、アンビルの肩部近傍から試料中央部にかけて微細な組織が形成されている。Fig. 4は有限要素法パッケージソフトABAQUS/Explicitを用いてアンビル圧縮による変形を解析した結果で、(a)はせん断ひ

ずみ成分 γ_{xy} の分布を, (b)は相当ひずみ ε_{eq} の分布を示している. 相当ひずみの値が同一 ($\varepsilon_{eq}=1.7$)
 で, せん断ひずみ成分 γ_{xy} の値が $\gamma_{xy}=0$ の箇所と $\gamma_{xy}=1$ の箇所を有限要素解析の結果を使って探し,
 それら2つの箇所の微視構造のEBSD解析を行った(Fig. 5). せん断ひずみの発生している箇
 所で結晶粒の微細化が進み, 結晶粒界はmisorientationが 15° 以上の大角粒界が多いことが判る.

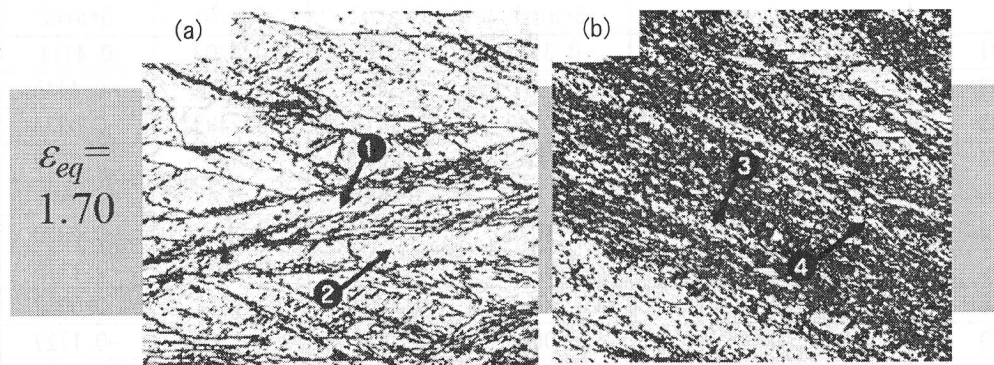


Fig.5 EBSD maps for the sites without (a) and with (b) shear deformation. The equivalent plastic strain is the same for both (a) and (b) and equal to 1.70. Dark (red) colored lines correspond to high angle grain boundaries.

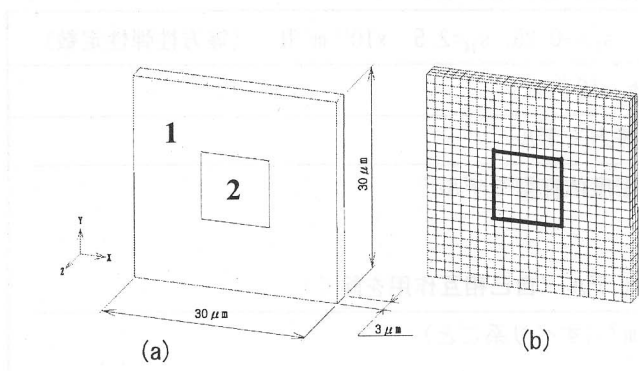


Fig. 6 Rectangular shaped specimen with two crystal grains (a) and its finite element division (b).

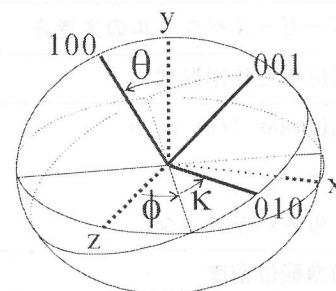


Fig. 7 Definition of Eulerian angles κ , θ and ϕ .

3. 単純化した多結晶モデルに生ずる多重すべりの結晶塑性解析

3.1 解析モデル

多結晶組織が単調, または非単調な負荷を受けて変形するときに蓄積するGN転位について, 単純化した多結晶のモデルを用いて検討する. Fig. 6は本研究で用いた2個の結晶粒からなるモデルである. 縦・横が $30\mu\text{m}$, 厚さ $3\mu\text{m}$ の領域の中央部に直方体状の結晶粒2があり, その周辺を結晶粒1が取り囲んでいる. この2結晶モデルのy軸方向に圧縮荷重を, またx軸方向に引張

荷重を加えたときの変形を解析する。

Table 1 すべり系の定義と x または y 軸方向単軸負荷時のSchmid因子

すべり系番号	すべり面	すべり方向	Schmid 因子		Schmid 因子	
			X 方向負荷		Y 方向負荷	
			Grain1	Grain2	Grain1	Grain2
#1	111	1-10	-0.3717	0.0765	0.4203	0.4111
#2	111	01-1	0.3057	0.2654	-0.1711	-0.4445
#3	111	10-1	-0.0660	0.3418	0.2492	-0.0334
#4	-111	110	0.3717	-0.3808	-0.0925	-0.0278
#5	-111	01-1	0.4744	-0.3096	0.0243	0.0643
#6	-111	101	-0.1026	-0.0711	-0.1168	-0.0920
#7	11-1	1-10	-0.3719	0.1920	0.1634	-0.1116
#8	11-1	011	0.3057	-0.0389	0.1567	-0.0612
#9	11-1	101	-0.0662	0.1531	0.3201	-0.1727
#10	1-11	110	-0.3718	-0.1123	0.4912	0.2718
#11	1-11	011	-0.4743	0.0053	0.3035	0.3190
#12	1-11	10-1	0.1025	-0.1176	0.1877	-0.0473

Table 2 結晶塑性解析に用いたデータ

弾性コンプライアンス	$s_{11}=1, s_{12}=-0.25, s_{44}=2.5 \times 10^{11} \text{ m}^2/\text{N}$ (等方性弾性定数)
バーガースベクトルの大きさ	$2.556 \times 10^{-10} \text{ m}$
転位相互作用形式	擬似等方モデル
転位mean free path	転位密度依存型モデル ⁽²⁾
c*	100
重みパラメータ	等方モデル (自己相互作用を除く)
初期転位密度	10^{12} m^{-2} (すべり系ごと)

結晶粒 1 と 2 の結晶方位を定義するオイラー角 κ, θ, ϕ (Fig. 7) は、結晶粒 1 では $(\kappa, \theta, \phi) = (22, 30, 245)$ 、結晶粒 2 では $(\kappa, \theta, \phi) = (342, 49, 164)$ (deg.) とした。このとき、x または y 方向の単軸負荷に対する $\{111\}\langle 110 \rangle$ すべり系の Schmid 因子を Table 1 に示す。x 方向負荷のときに Schmid 因子が 0.4 以上の値を持つすべり系は、結晶粒 1 では #5 と #11 すべり系であるが、結晶粒 2 のすべり系の Schmid 因子はすべて 0.4 以下である。また、y 方向負荷のときに Schmid 因子が 0.4 以上の値を持つすべり系は結晶粒 1 では #1 と #10 すべり系、結晶粒 2 では #1 と #2 すべり系である。

負荷は Fig. 8 に示す 5 種類の条件で加えた。process A は y 方向の圧縮力と x 方向の引張力を

同時に加える「比例負荷」の条件で、負荷は単調に増加する。process BからEまでは「非比例負荷」の条件で、負荷方向が変形途中から変化する。結果を比較するために、xまたはy方向の荷重はprocess AからEすべてで同一とした。解析は結晶塑性解析ソフトCLP(version 7g3)を用いて行った。解析手法の詳細は既報⁽²⁾を参照されたい。解析に用いた主な入力データをTable 2に示す。

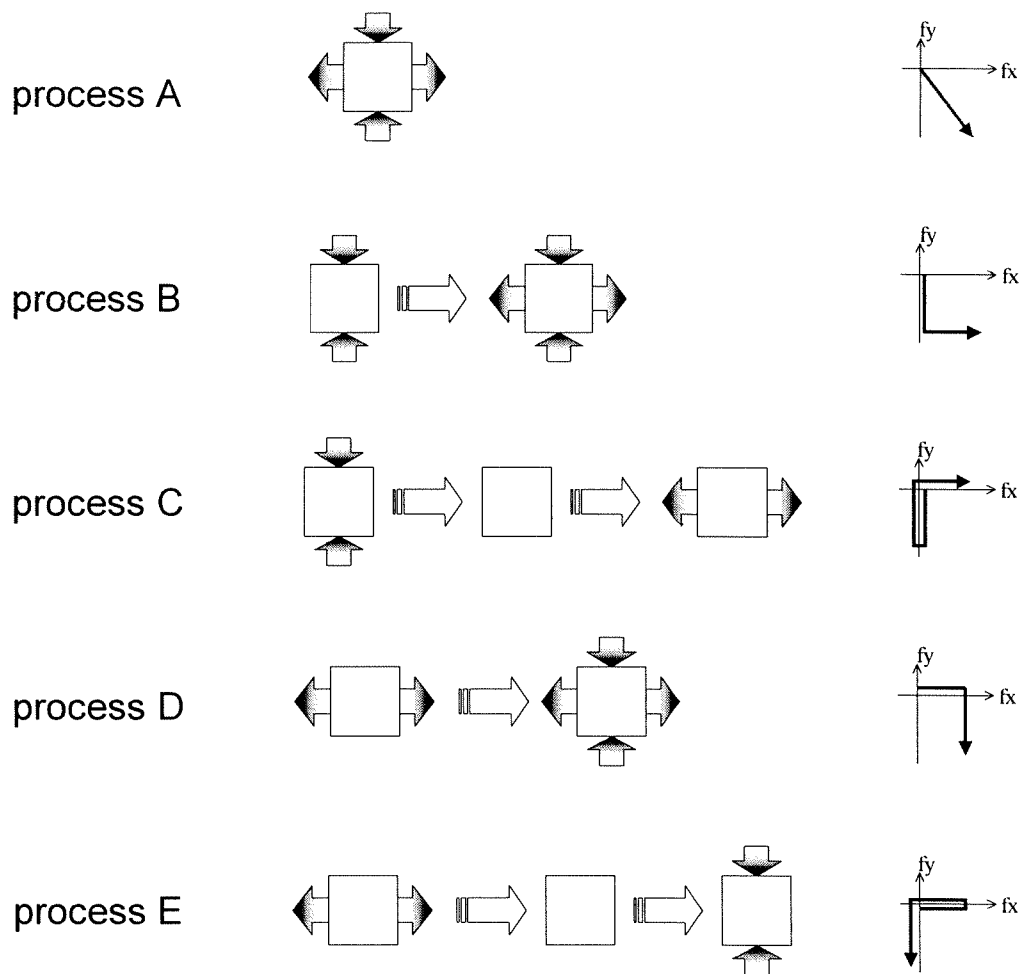


Fig.8 Deformation processes A to E employed for the crystal plasticity analysis of the two-crystal specimen shown in Fig. 6.

3.2 結晶塑性解析結果

Fig. 9に解析結果の一例 (process Cで変形をした試料の、#5すべり系に生じた塑性せん断ひずみの分布)を示す。結晶粒2があることによって結晶粒1におけるひずみ分布は不均一になり、また、粒2の内部でもこのすべり系(ただし、すべり面、すべり方向の空間的な配置は結晶粒1

におけるものとは異なる)にわずかながらすべり変形が生じている。このような不均一な塑性せん断ひずみの分布はGN転位の蓄積を伴っている。

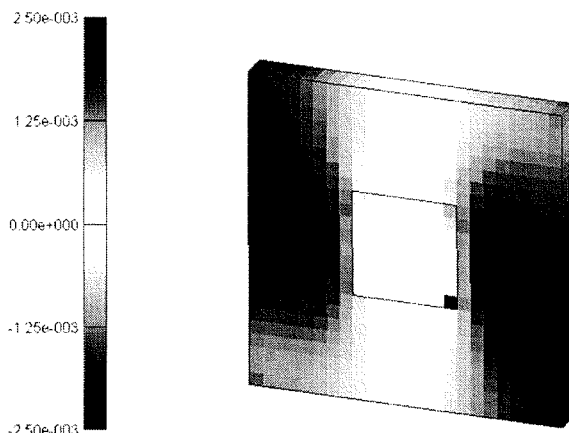


Fig.9 Numerical result of the distribution of the plastic shear strain on the slip system #5.

Fig. 10はprocess AからEの負荷条件で変形させたときに#5, #10, および#11のすべり系に蓄積したGN転位密度のノルム¹の分布を示している。結晶粒1におけるGN転位の分布に注目することにする。

process Aで負荷した場合すなわち、負荷条件が単調な比例負荷の場合、#10すべり系に蓄積したGN転位の密度は結晶粒1の全領域で高く、広い領域で $1 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$ 以上の密度になっている。またその最大値は結晶粒2の角部近傍で約 $4 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$ である。一方#5のすべり系にはGN転位の蓄積は無く、#11のすべり系におけるGN転位は結晶粒界の近傍に局在化している。

process Bでは、最初にy軸方向の単軸負荷によってすべり変形が起こり、その後x軸方向の負荷が加わることによって、荷重の主軸方向が回転する。この場合、解析結果に示されているように結晶粒1の広い領域で#10と#11のすべり系上にGN転位が蓄積し、結晶粒2との粒界近傍では#5のすべり系上のGN転位の蓄積も生ずる。GN転位の密度は#10すべり系では $1 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$ 程度またはそれ以下、#11すべり系では最大 $5 \times 10^{12} \text{ m}^{-2}$ 程度であり、process Aの負荷で#10すべり系に

¹ 第 n 番すべり系に生じた塑性せん断ひずみを $\gamma^{(n)}$ とすると、幾何学的に必要な転位の刃状成分とらせん成分は、 $\xi^{(n)}, \zeta^{(n)}$ をそれぞれすべり方向、およびすべり方向に垂直な方向として、以下のように求められる^{(2),(3)}。

$$\rho_{G,edge}^{(n)} = -\frac{1}{b} \frac{\partial \gamma^{(n)}}{\partial \xi^{(n)}}, \quad \rho_{G,screw}^{(n)} = \frac{1}{b} \frac{\partial \gamma^{(n)}}{\partial \zeta^{(n)}}.$$

転位密度のノルム $\|\rho_G^{(n)}\|$ はこれらの2つの成分から次のように定義される。

$$\|\rho_G^{(n)}\| = \sqrt{(\rho_{G,edge}^{(n)})^2 + (\rho_{G,screw}^{(n)})^2}$$

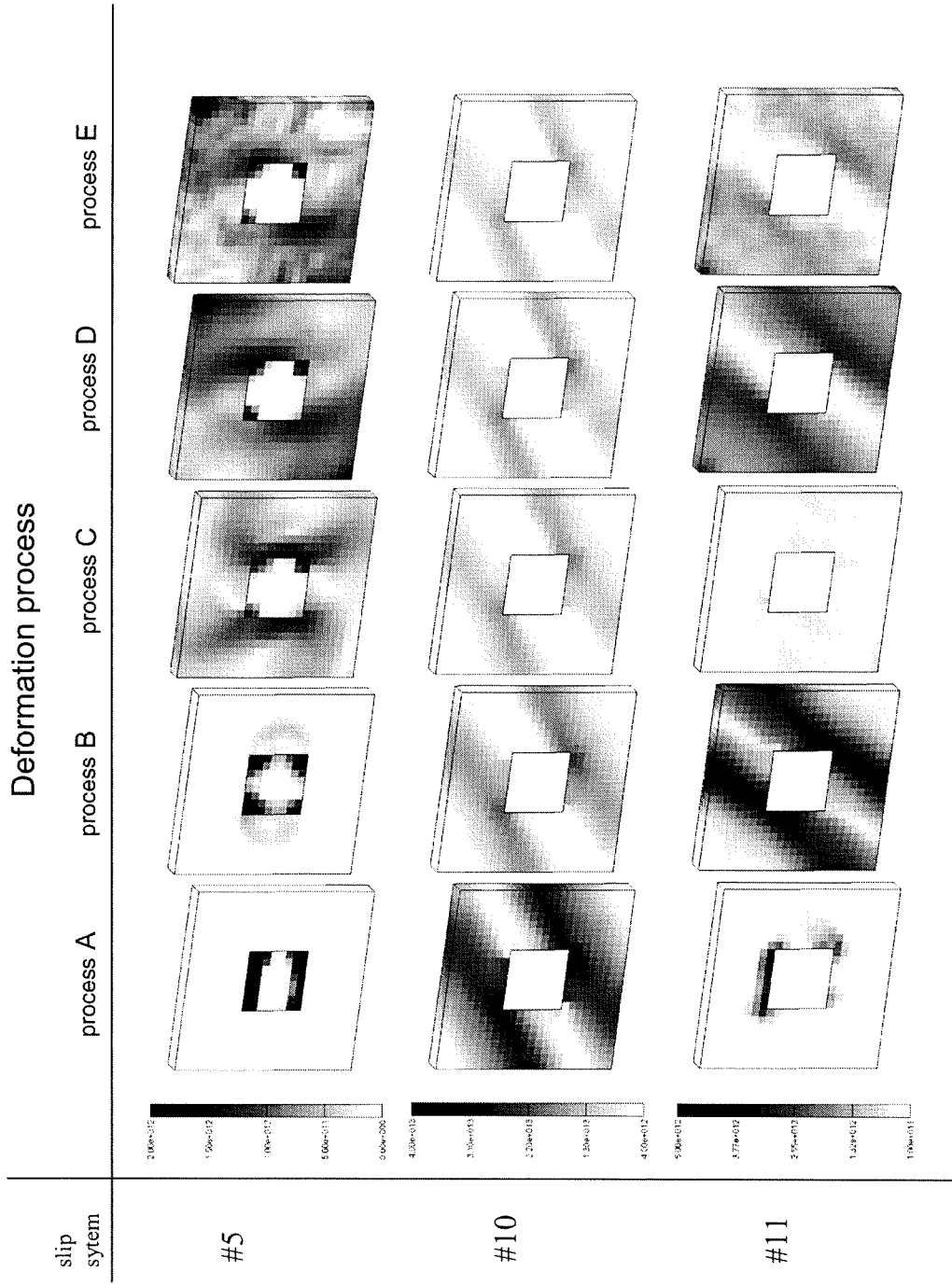


Fig. 10 Distribution of the geometrically necessary (GN) dislocations on slip systems #5, #10 and #11 when the two-crystal specimen was deformed with the deformation processes A, B, C, D or E.

発生した転位の密度の1/2~1/3程度である。

process C, DおよびEもprocess B同様、負荷の途中で荷重の主軸方向が回転する。Fig. 10に示されているように、これらの条件の場合には#10, #11だけでなく#5のすべり系上のGN転位も結晶粒1中の広い領域にわたって蓄積している。一方それらの密度はこの場合もprocess Aの負荷で#10すべり系に発生した転位の密度よりも低く、 $1 \times 10^{12} \text{ m}^{-2}$ のオーダーである。

以上の結果をまとめると、比例負荷 (process A) の場合も、非比例負荷 (process B~E) の場合も、多結晶モデルには多重すべりが生ずるが、比例負荷の場合には主として活動するすべり系が1つ (今回のケースでは#10の(1-11)[110]すべり系) であり、そのすべり系に蓄積する転位密度の最大値は、非比例負荷の場合に得られた最大転位密度の2~3倍になる。一方、主に活動したすべり系以外のすべり系の活動は結晶粒界の近傍に局在化する。これに対し、非比例負荷による変形では、2つ以上のすべり系が結晶粒内全域にわたって活動し、粒内の広い領域にGN転位がより均一に蓄積する。たとえばprocess Cでは#5の(-111)[01-1]すべり系と(1-11)[110]すべり系が活動し、ほぼ同程度の密度のGN転位が結晶粒内のほぼ全域に蓄積する。また、process D, Eでは#5, #10, #11の3つのすべり系すべてが活動し、蓄積するGN転位は結晶粒界近傍に局在化しておらず、粒内にほぼ均一に分布する。すなわち、比例負荷の場合には活動するすべり系が限られ、それらの上に生ずるひずみや転位密度の分布の不均一性が大きい一方、非比例負荷の場合には、複数のすべり系が重畳して活動し、それらに生ずるひずみや転位密度が、結晶粒内に広く均一性高く分布するという特徴がある。

4. 不均一または均一に分散する核形成サイトから成長する微視組織

前節で、比例負荷の場合、複数のすべり系上にGN転位が蓄積するサイトは結晶粒界の近傍に限られる一方、非比例負荷の場合には粒内の広い領域で2つ以上のすべり系上でGN転位が蓄積することを観察した。複数のすべり系上のGN転位の蓄積が結晶核の形成に有利に働くものとして、結晶核が不均一に分散する場合 (すなわち旧オーステナイト粒界の近傍で結晶核が高密度に分散し、そこから離れるに従い密度が低下する場合で、比例負荷による加工に対応する。) と均一に分散する場合を想定し、結晶核からの結晶組織の成長をセル充填型アルゴリズムをベースにしたシミュレーション⁽⁴⁾によって求める。

このシミュレーションでは2次元領域に配置された結晶核が、時間とともに等方に円状の領域を占めながら成長してゆく過程を計算する。ある核から成長してきた領域と、ほかの核から成長してきた領域が衝突するとそこには結晶粒界が形成される。すべての結晶核が同時に成長を始めるならば、最終的に出来上がる組織は2次元ポロノイ多面体になる。

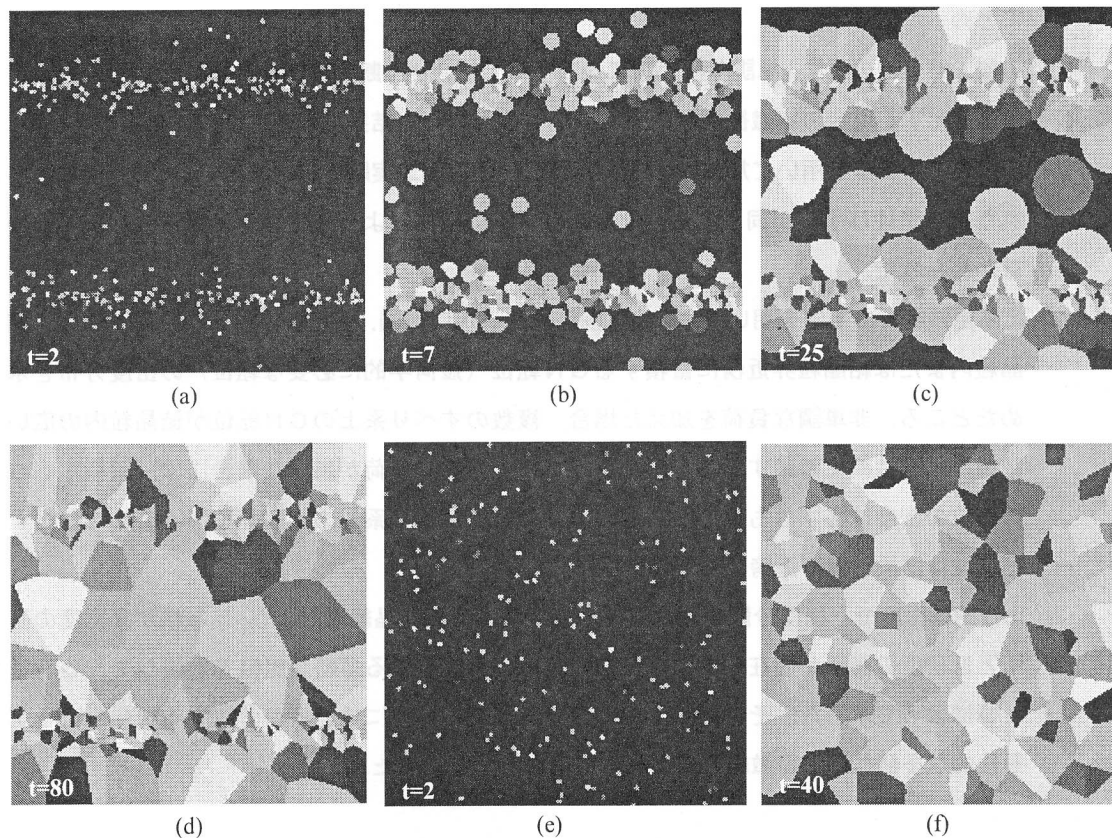


Fig.11 (a)-(d):Process of crystal growth from non-uniformly distributed nuclei. Number of nuclei is 380.
 (f): microstructure of polycrystals which grew from uniformly distributed 204 nuclei(e).

Fig. 11 (a)-(d) は結晶核が不均一に分散する場合のシミュレーション結果である。結晶核は水平な 2 本の直線の近傍に集中的に配置し、それらの直線から離れた箇所では結晶核の密度を 1/100 程度にしてある。結晶核の総数は 380 である。Fig11 (a) はシミュレーション開始直後の状態であり、(b) ではそれぞれの結晶核が円状の領域を形成しながら成長してゆく。時間が経過するとともに (c) 隣接する成長領域同士の衝突が頻繁に生じ、結晶核が高密度に配された領域では多くの成長領域は組織形成の初期の段階で成長が止められる。その結果、最終的な組織 (d) は結晶粒径が非常に小さい層状の領域と、その間に粗大結晶粒からなる領域が形成される。一方、Fig. 11 (e), (f) は結晶核の総数を Fig. 11 (a)-(d) の場合の約 1/2 (204 個) にする一方、それらをほぼ均一に分散させた場合のシミュレーションである。結晶粒径がほぼ均一で等方性の高い組織が形成される。

5. まとめ

鋼の加工熱処理の際に、単調な圧縮加工を行う場合と、せん断変形が加わることなどによって荷重軸が変化する場合の組織微細化効果について検討した。結果は以下のようにまとめられる。

- (1) 一對のアンビルを用いて加工熱処理を模擬した圧縮加工実験を行ったところ、材料に加えられた相当塑性ひずみが同じでも、せん断ひずみの有無によって微細化効果が異なることが確かめられた。
- (2) 結晶塑性解析の手法を用いて、単純な多結晶モデルに単調、または非単調な負荷を加えて結晶粒内または結晶粒界近傍に蓄積するGN転位（幾何学的に必要な転位）の密度分布を求めたところ、非単調な負荷を加えた場合、複数のすべり系上のGN転位が結晶粒内の広い領域に一様性高く蓄積することがわかった。一方で、負荷が単調な場合には、蓄積するGN転位の密度は必ずしも低くないものの、複数のすべり系上のGN転位が重畳して蓄積する領域は結晶粒界の近傍に限られていた。
- (3) 比較的低密度で一様に分散する結晶核から成長する多結晶組織および、結晶核が高密度の箇所と低密度の箇所が混在するような初期条件から成長する多結晶組織を数値シミュレーションによって求めた。その結果、低密度であっても一様に結晶核が分散する場合のほうが最終的な多結晶組織の微細化に有利であることが示された。

参考文献

- (1) Cho, J-Y., Inoue, T., Yin, F., Nagai, K., Mat.Trans., 45(2004), 2966-2973.
- (2) 大橋鉄也, 微視組織から材質予測へ-計算力学的アプローチ-, 第180, 181回西山記念技術講座, 日本鉄鋼協会, 2004, 72-95.
- (3) Ohashi, T., Phil. Mag. Lett., 75(1997), 51-57.
- (4) Ohashi, T., Sasaki, M., Yoshimura, K., A numerical simulation of the development of ice-microstructures, Proc. 19th Int. Symp. Okhotsk Sea and Sea Ice, Mombetsu, Feb. 2004, 180-185.