

# 引張変形中のIn-situ XRDを用いた ナノ結晶材料中の転位増殖挙動観察



兵庫県立大学  
足立大樹



# 背景

---

巨大ひずみ加工（ARB, HPT, ECAEなど）

→結晶粒径が $1\mu\text{m}$ 以下の超微細粒材料

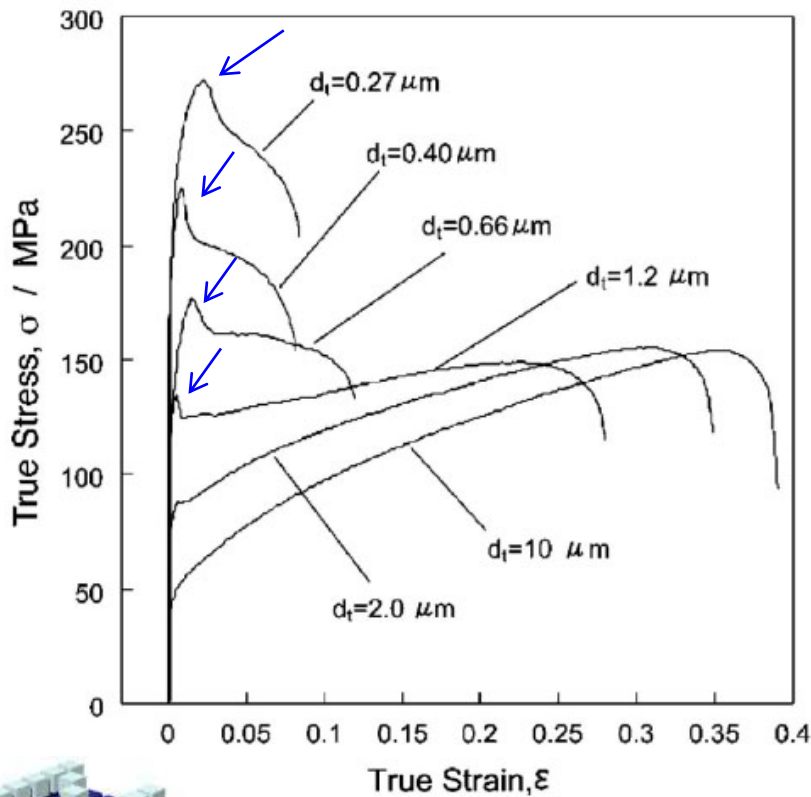
非常に高強度

特異な力学特性

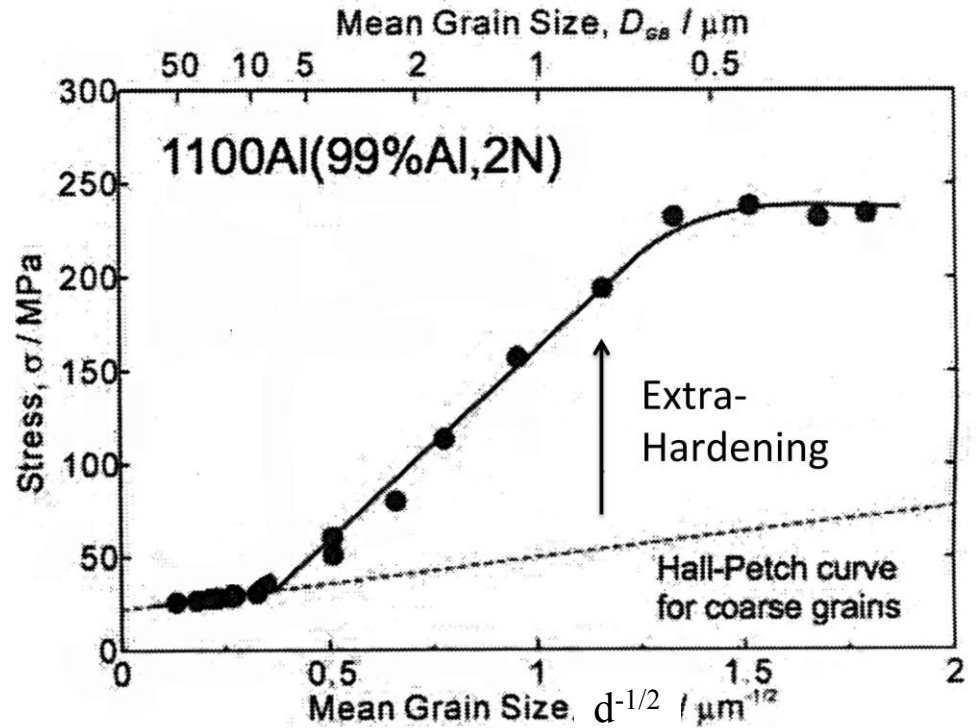


# 超微細粒材が示す特異な力学現象

純アルミニウムの  
降伏点降下現象



純アルミニウムの  
Extra-Hardening現象



(N. Tsuji et al., Scripta Mater.,47(2002),893, N. Kamikawa et al., Acta Materialia, 57(2009),4198など)



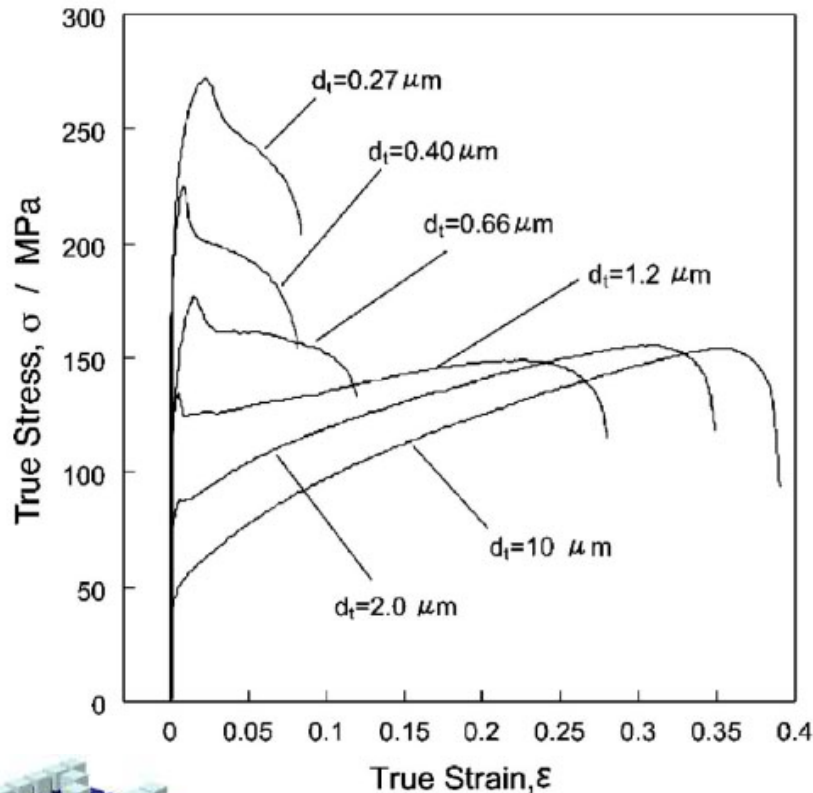
# 超微細粒材が示す特異な力学現象

## これまでの常識

結晶粒径が微細になると、  
均一伸びが減少する。



**超微細粒材は加工硬化しづらい**  
ため塑性不安定が早期に発現し、  
局所変形が進展する



# 超微細粒材が示す特異な力学現象

これらの特異な力学現象がみられることは、  
従来粒径材と超微細粒材において  
**変形を担う転位の挙動**が異なっていることを  
示唆しているが、未だその詳細は明らかになっていない。



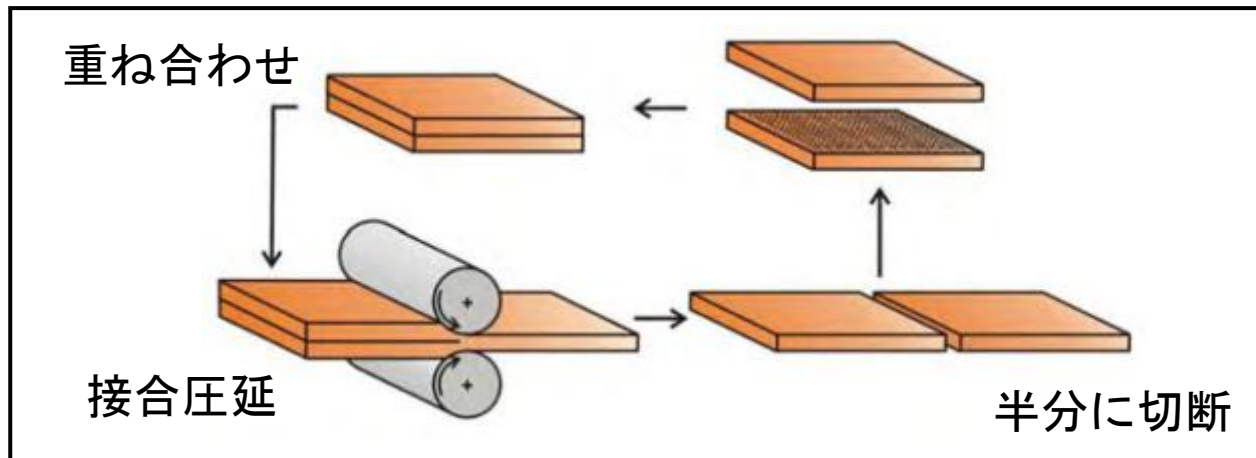
本研究では、引張り変形中の転位密度の変化を  
その場測定することによって超微細粒材における  
**転位増殖挙動**に及ぼす**結晶粒径**の影響を明らかにする。



# 実験方法

試料： 純度99%A1 (AA1100)

- 超微細粒アルミニウムの作製：  
室温においてARB加工を8cycle  
(1cycle 50%圧延 ⇒8cycle ; 相当ひずみ6.4相当)



ARB加工  
の模式図



# 実験方法

---

試料： 純度99%A1 (A1100)

- 超微細粒アルミニウムの作製：  
室温においてARB加工を8cycle  
(1cycle 50%圧延、8cycle ; 相当ひずみ6.4相当)
- 焼鈍により結晶粒径を調整
- 結晶粒径の測定  
FE-SEM/EBSD



# 測定試料

---

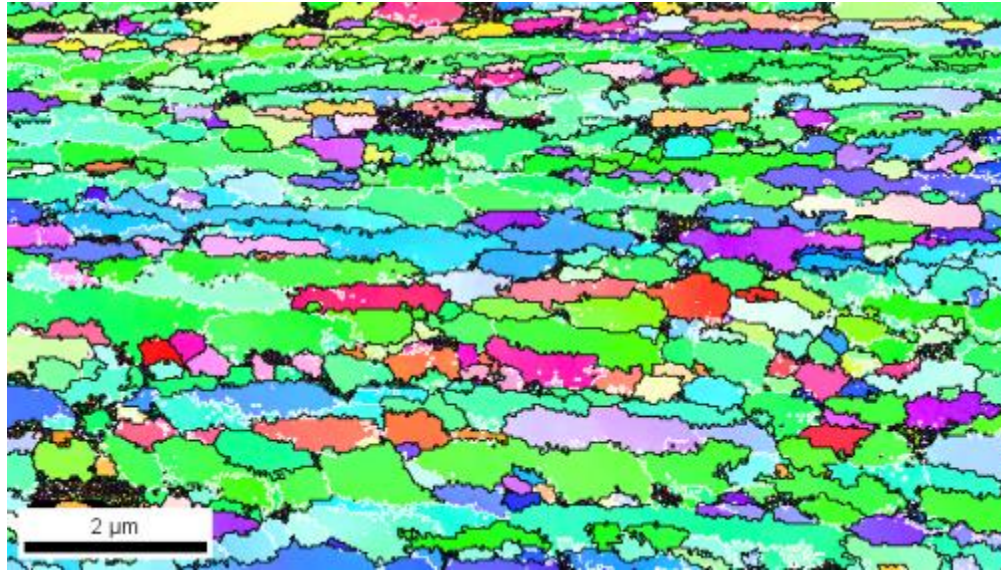
		焼鈍条件
結晶粒径	超微細粒	ARB+100°C, 30min焼鈍
	微細粒	ARB+175°C, 30min焼鈍 +225°C, 30min焼鈍
	粗大粒	ARB+175°C, 30min焼鈍 +300°C, 30min焼鈍



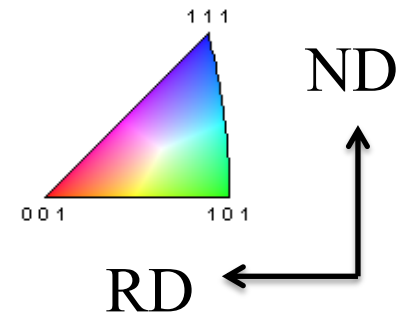


# 超微細粒材の結晶粒径

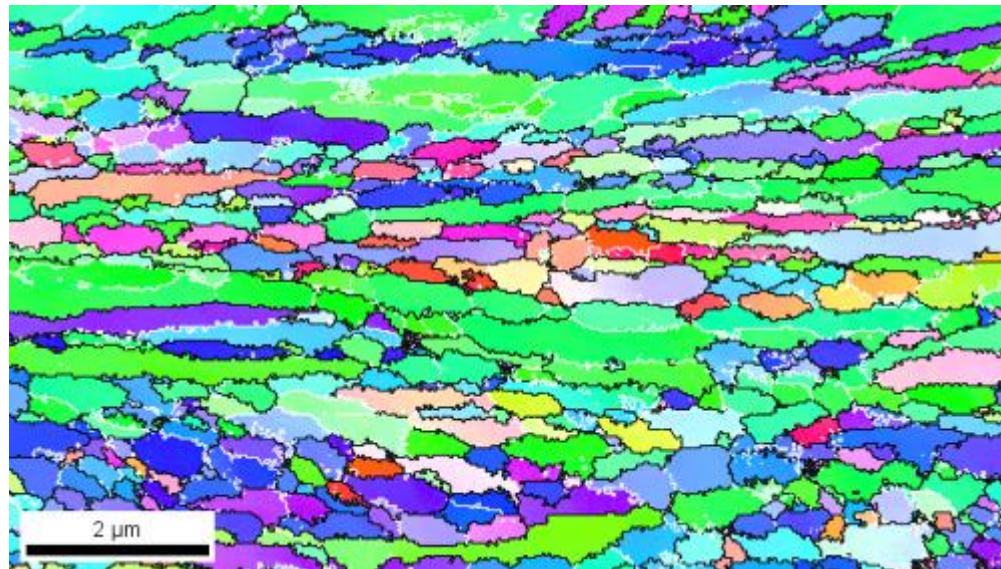
ARBまま材



結晶粒サイズ  
 $d_t=260\text{nm}$



100°C焼鈍材

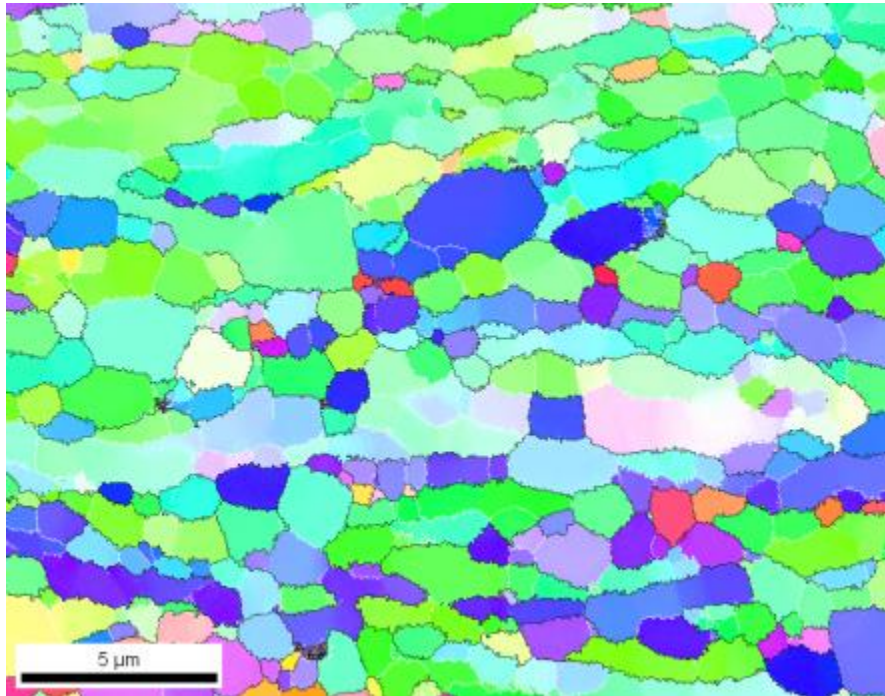


結晶粒サイズ  
 $d_t=260\text{nm}$

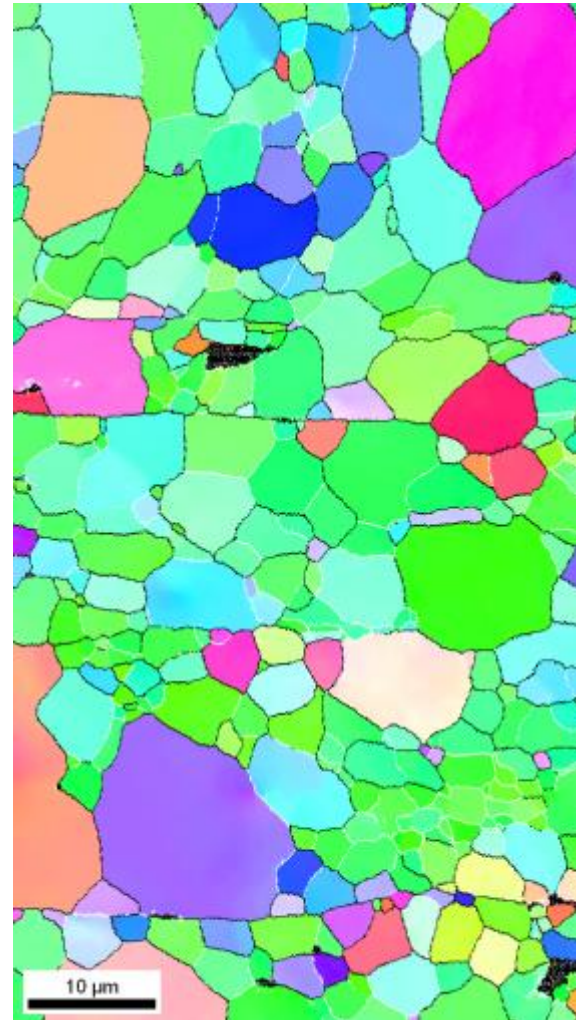


# 微細粒材の結晶粒径

225°C焼鈍材

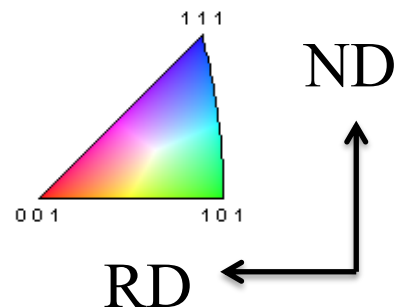


300°C焼鈍材



結晶粒サイズ  
300°C焼鈍材  
 $d_t=4.47\mu\text{m}$

結晶粒サイズ  
 $d_t=960\text{nm}$





# 結晶粒径と初期転位密度

		粒径	初期転位密度 / $\text{m}^{-2}$
超微細粒材	100°C焼鈍材	260nm	$7.01 \pm 0.31 \times 10^{13}$
微細粒材	225°C焼鈍材	960nm	$2.99 \pm 0.25 \times 10^{13}$
粗大粒材	300°C焼鈍材	4.47mm	$1.15 \pm 0.11 \times 10^{13}$



# 実験方法

---

試料： 純度99%A1 (AA1100)

- ・ 超微細粒アルミニウムの作製
- ・ 焼鈍により結晶粒径を調整
- ・ 結晶粒径の測定
- ・ 引張り変形中における転位密度変化の測定  
結晶粒径による違いの観察



X線回折実験による転位密度測定



# Williamson-Hall法

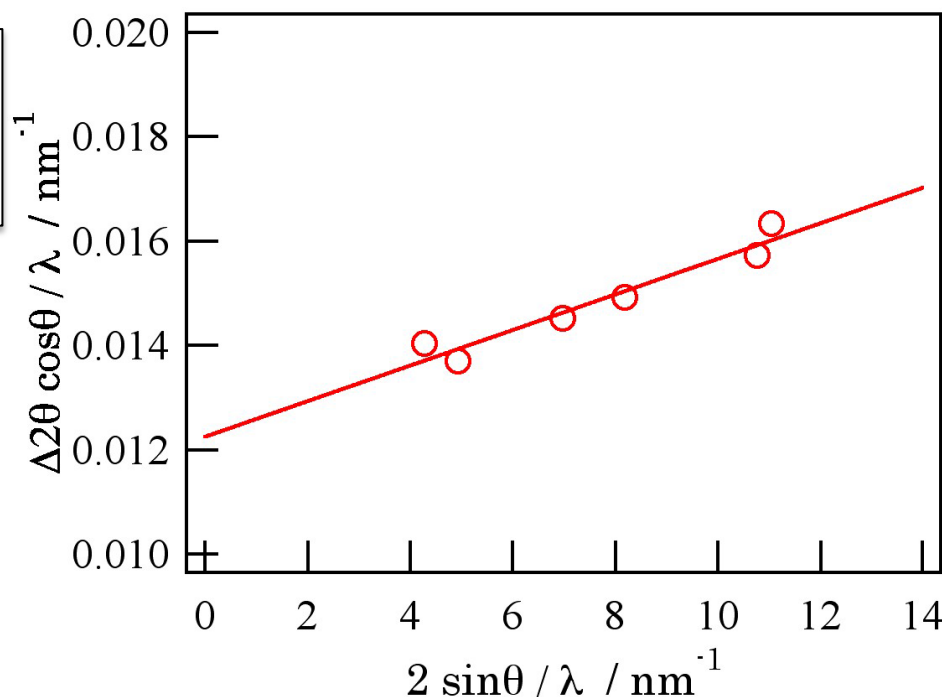
Williamson-Hallの式 :  $\Delta 2\theta \cdot \cos\theta / \lambda = 0.9/D + 2\varepsilon \cdot \sin\theta / \lambda$

$\lambda$  : X線の波長、 $\theta$  : 回折角度  
 $\Delta 2\theta$  : 半値幅  
 $D$  : 結晶子径、 $\varepsilon$  : 格子ひずみ

傾きから格子ひずみ  $\varepsilon$   
切片から結晶子径  $D$

転位密度  $\rho = 2\sqrt{3}\varepsilon/Db$

$b$  : バーガースベクトル



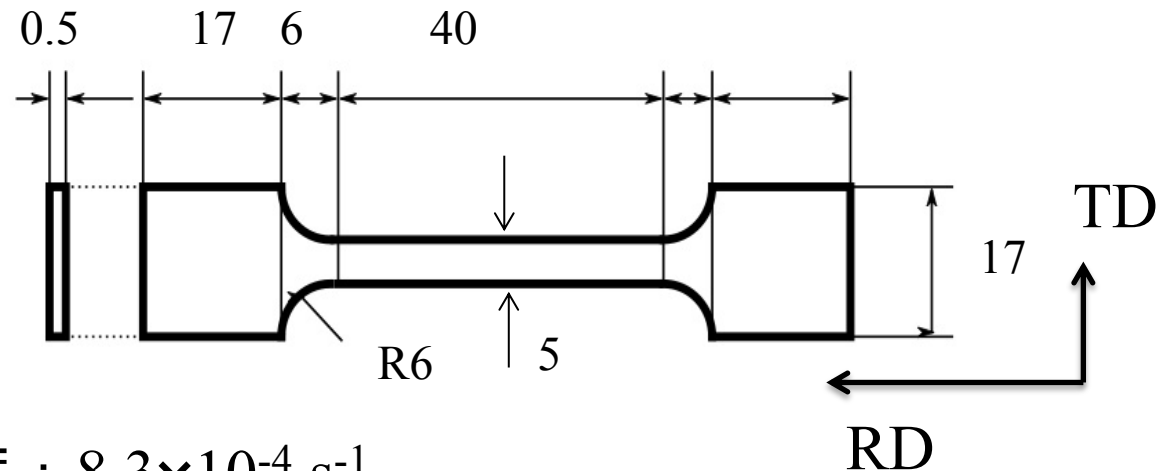
ARBまま材におけるWilliamson-Hall plot



# 引張り変形中のIn-situ X線回折実験

放射光源：SPring-8, BL-19B2 ( $\lambda=0.496 \text{ \AA}$ )

試験片サイズ：



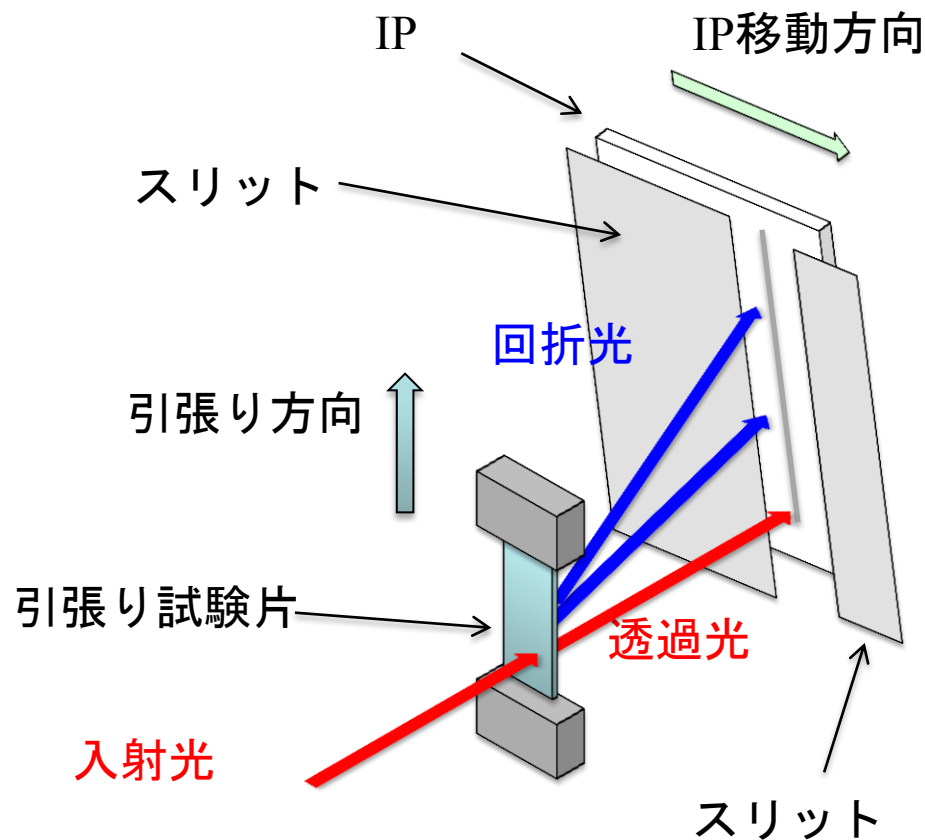
引張りひずみ速度： $8.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

ビームサイズ：幅3mm×厚さ0.11mm

検出器：イメージングプレート (IP)



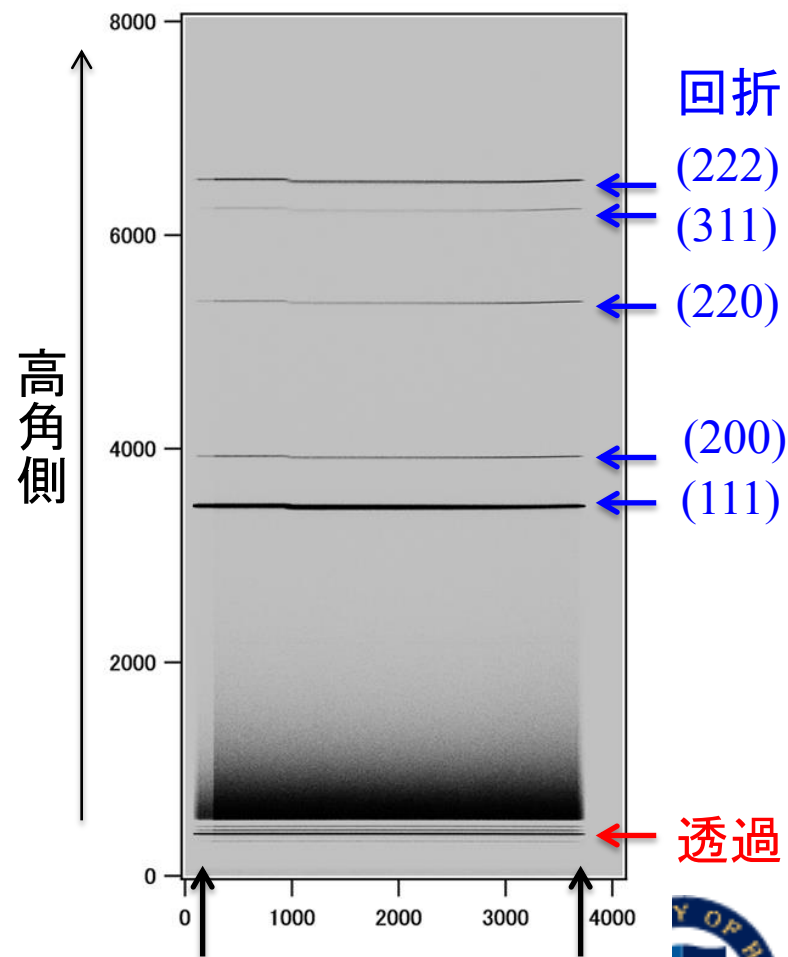
# 引張り変形中のIn-situ X線回折実験



実験の模式図

IP移動速度2mm/s  
スリット幅：4mm

時間分解能, 2s



測定  
終了

測定  
開始

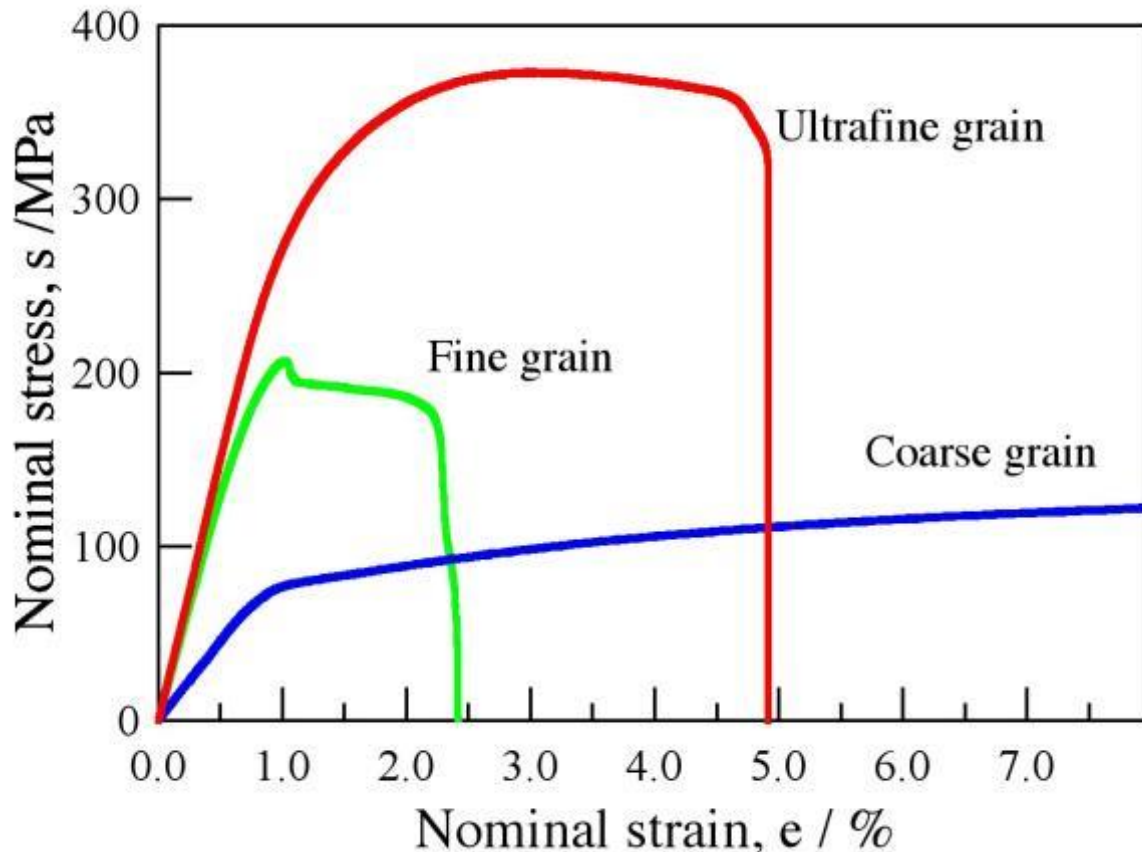


# 実験結果





# In-situ実験中の応力ひずみ曲線



0.2%耐力

超微細粒材 : 296MPa

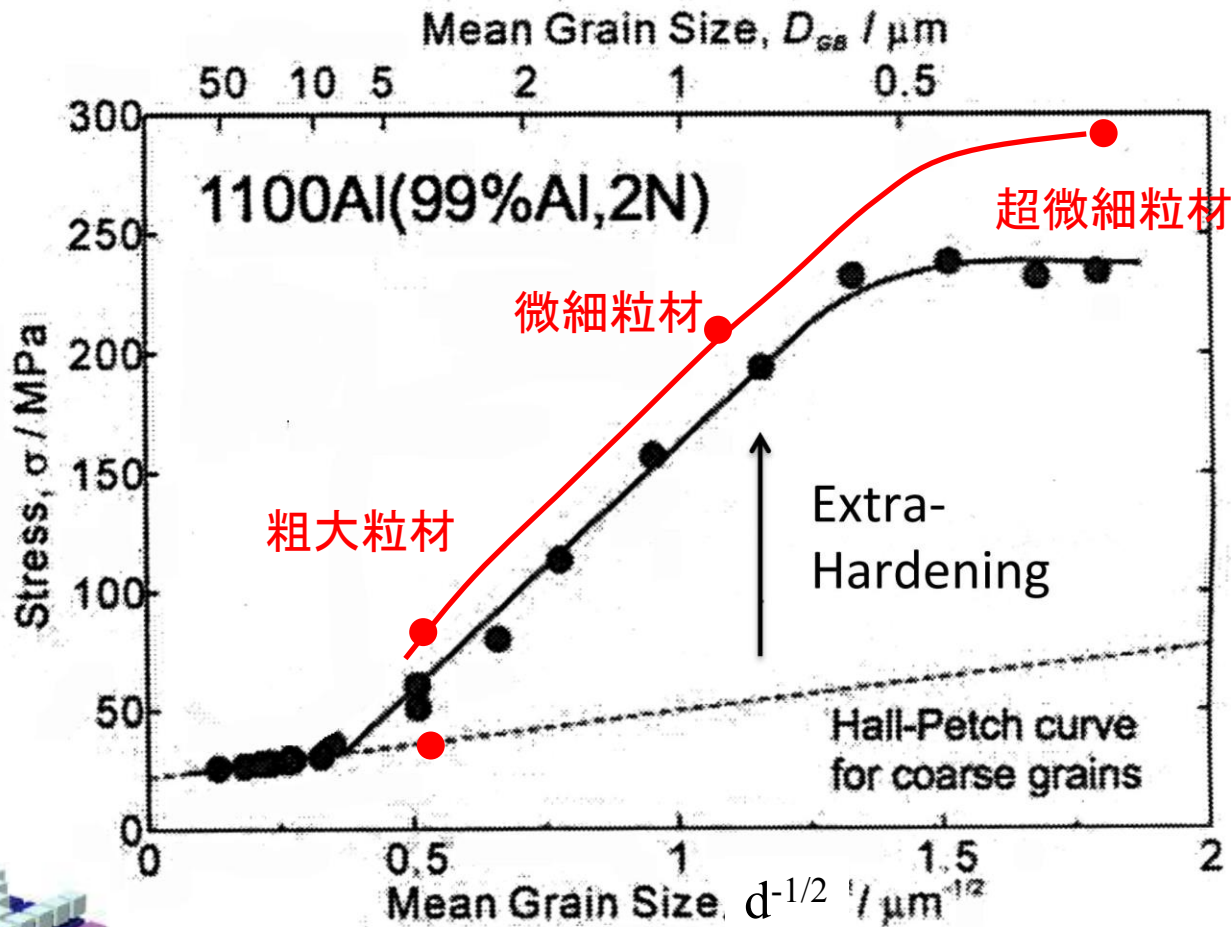
微細粒材 : 204MPa

粗大粒材 : 78(27)MPa

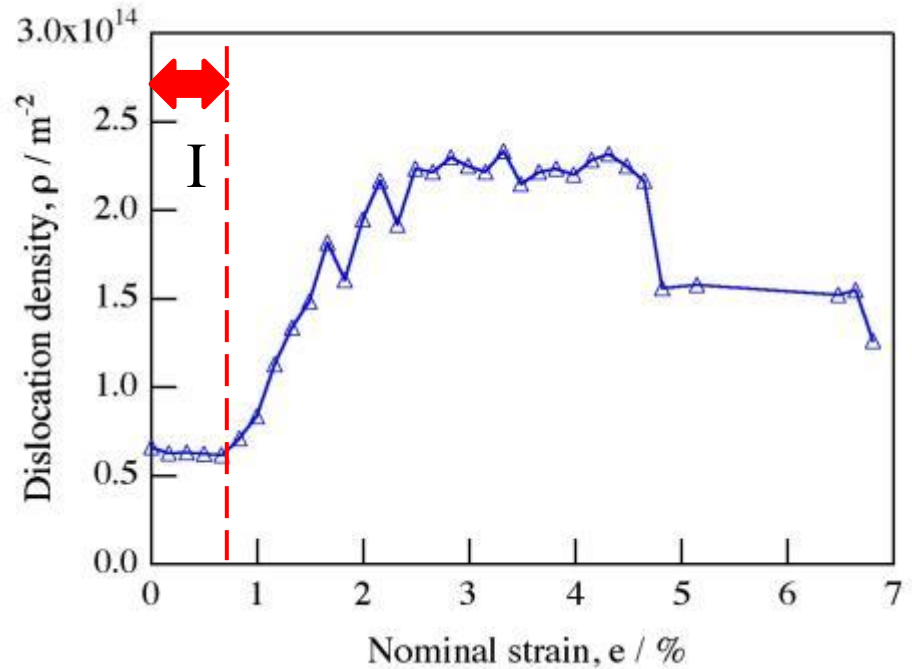
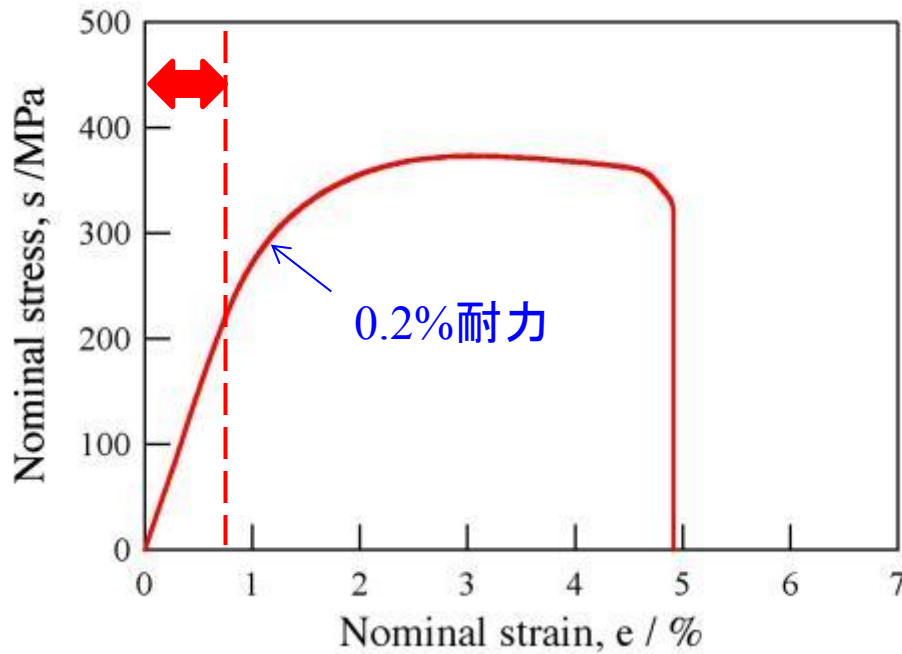
In-situ X線回折実験時の公称応力-公称ひずみ曲線



# In-situ実験中の応力ひずみ曲線



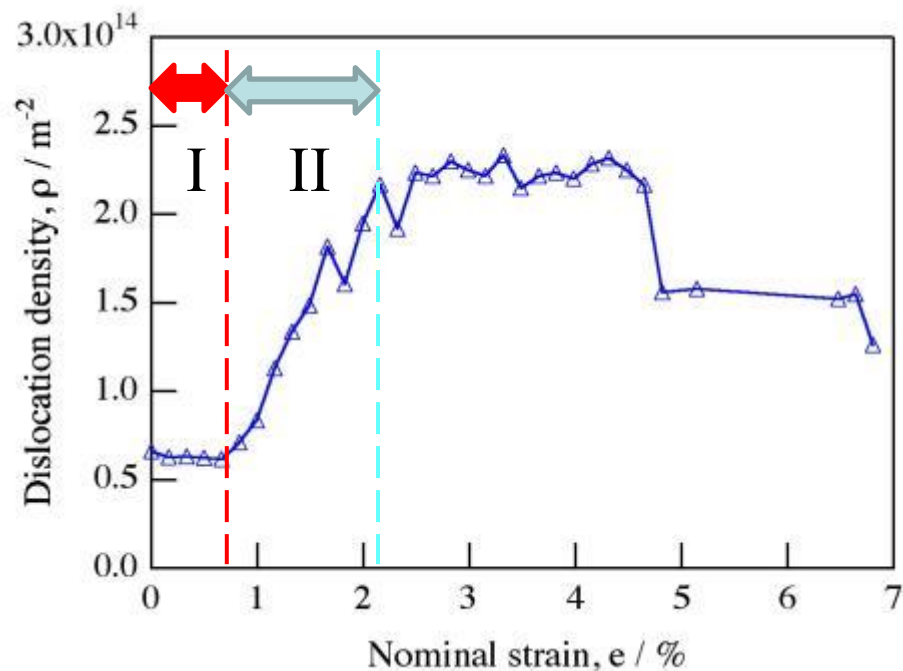
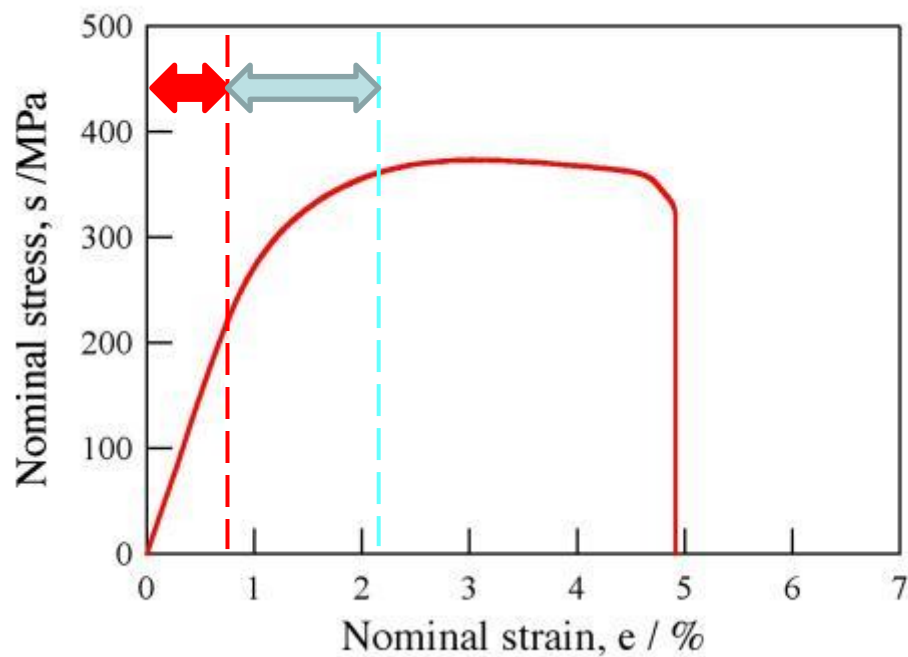
# 超微細粒材における転位密度変化



- 超微細粒材では、変形初期は転位密度が増加しない  
⇒ 領域 I  
領域 I を過ぎると、転位が急激に増殖し始める  
⇒ 塑性変形  
0.2%耐力よりもかなり小さい応力から開始



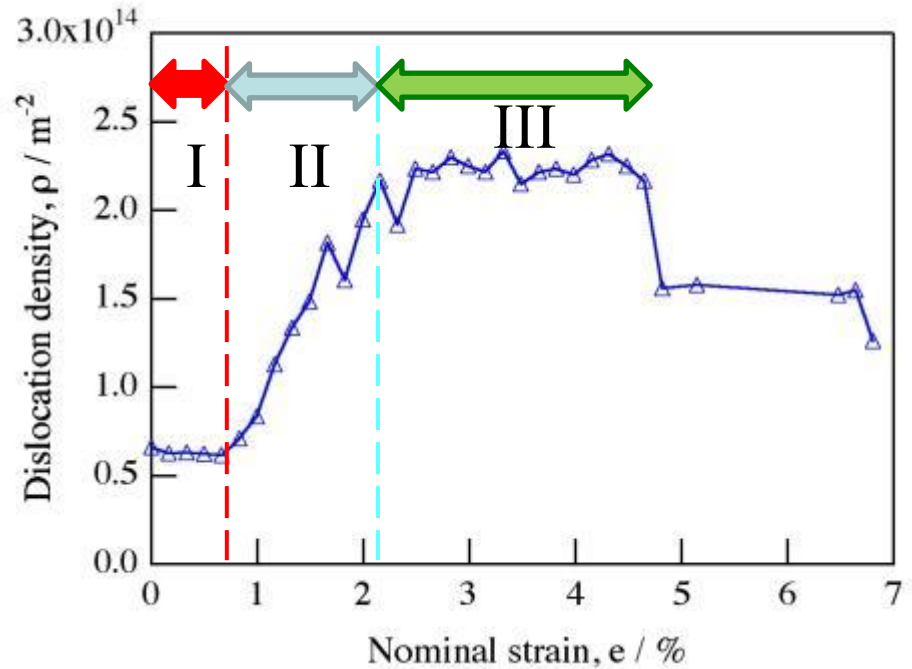
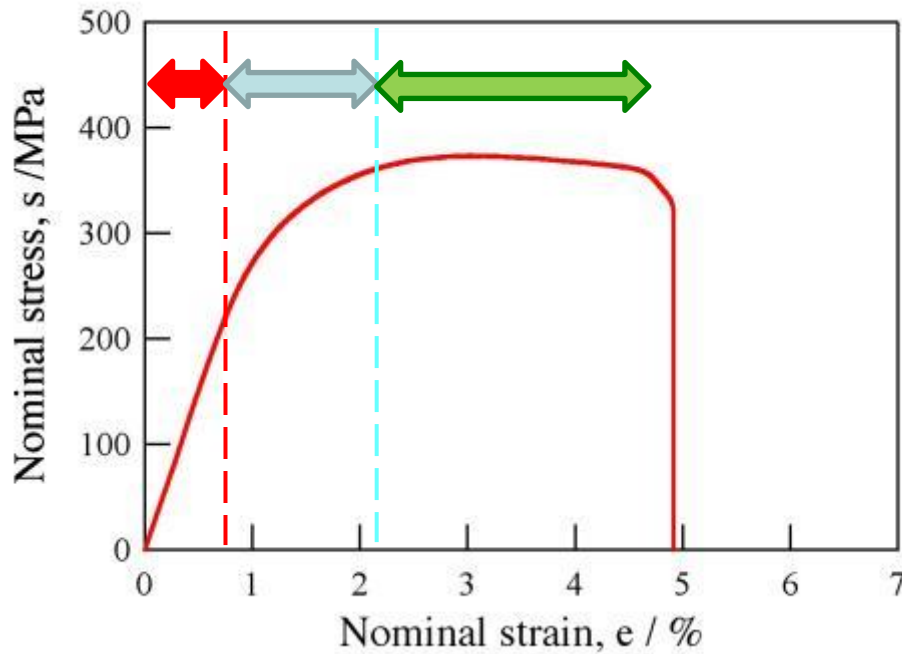
# 超微細粒材における転位密度変化



- 領域 I
- 転位密度が大幅に増加する塑性変形領域（領域II）



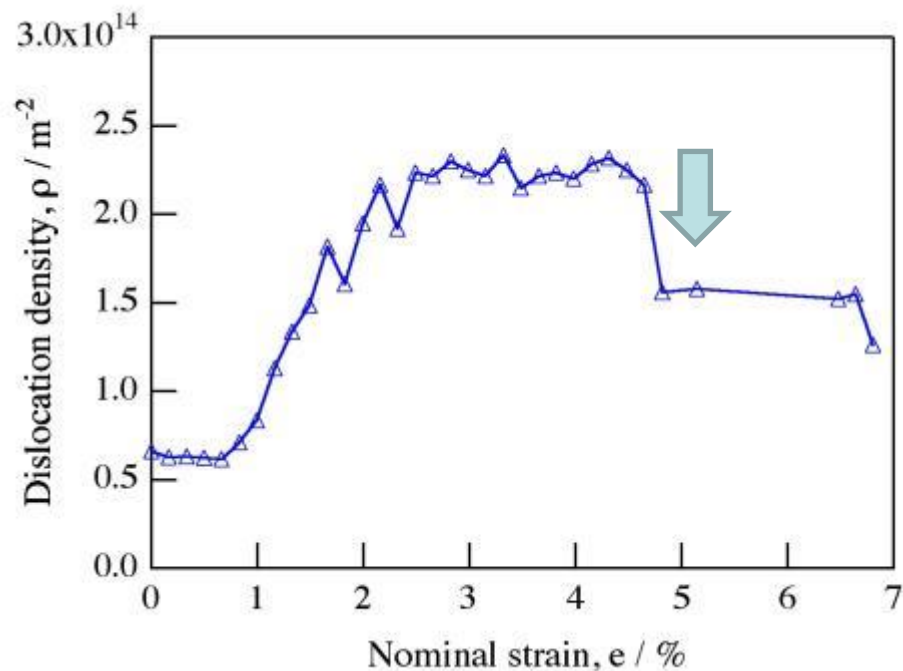
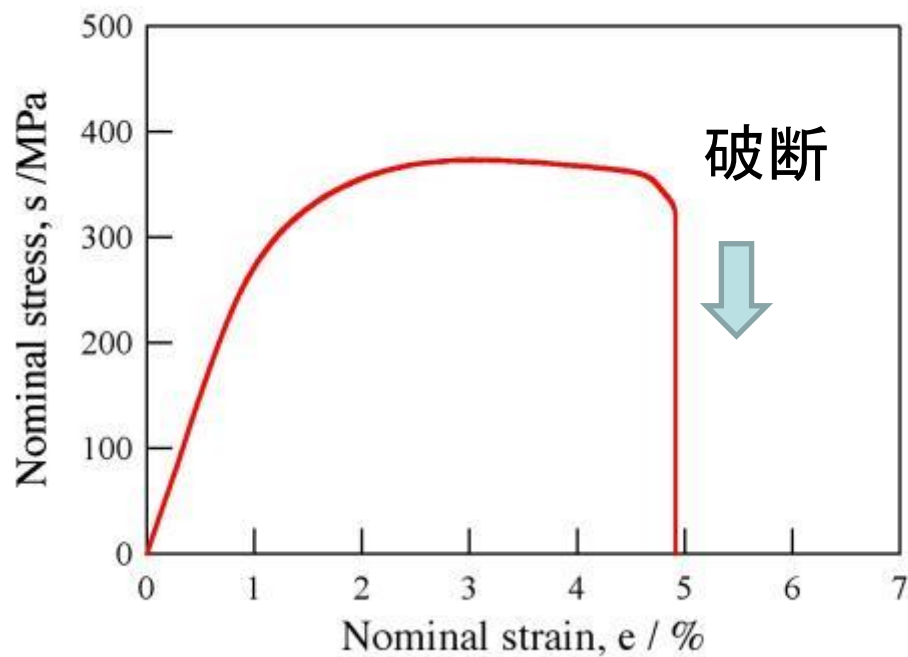
# 超微細粒材における転位密度変化



- 領域 I
- 転位密度が大幅に増加する塑性変形領域 (領域II)
- 転位密度の変化が緩やかな塑性変形領域 (領域III)



# 超微細粒材における転位密度変化



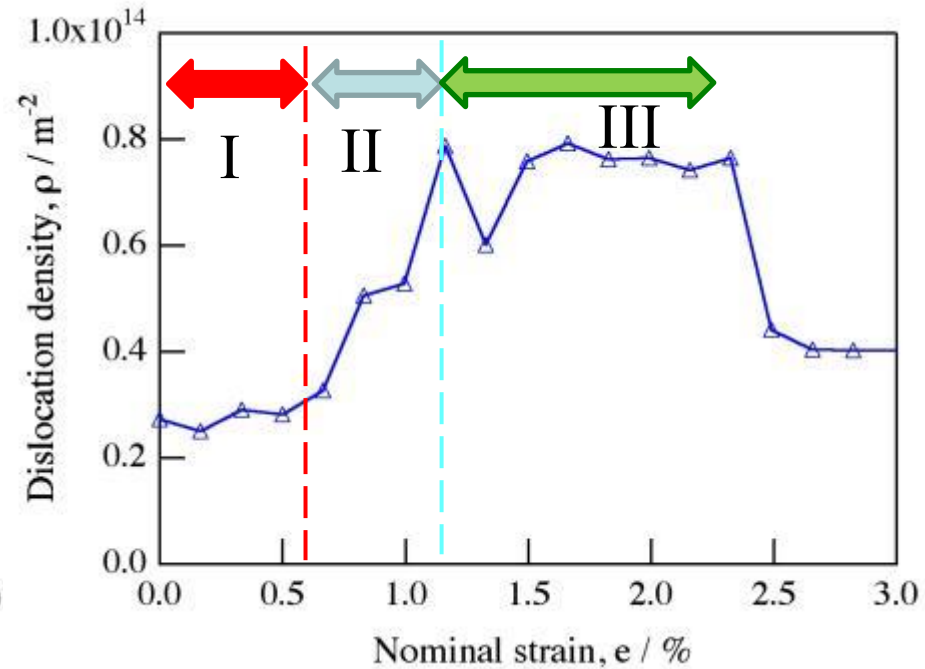
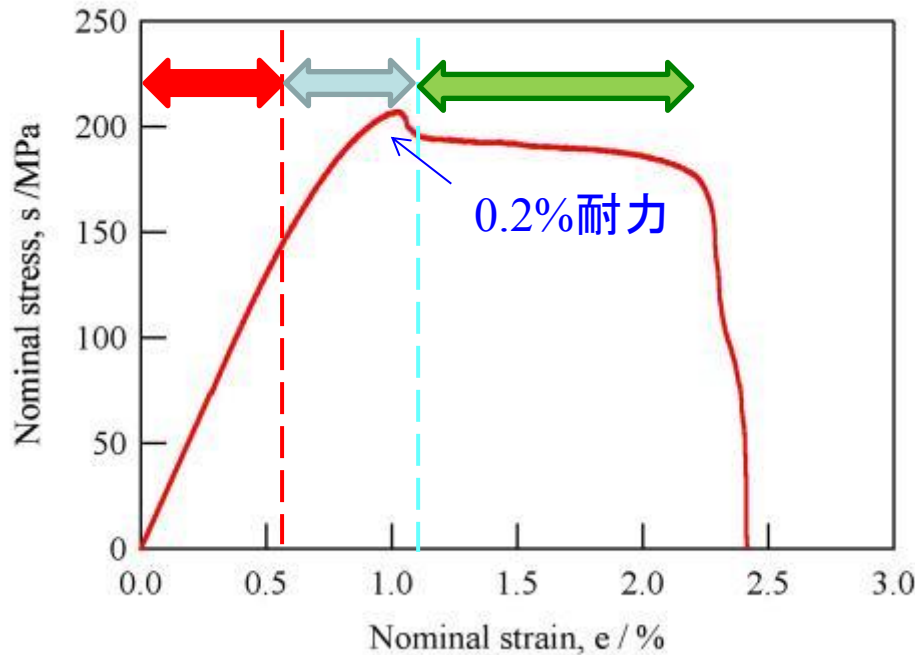
- 超微細粒材では、破断に伴い転位密度が急激に低下

$$\Delta\rho = 6 \times 10^{13} / m^{-2}$$

⇒ 変形中と、除荷後では転位組織が変化している可能性



# 微細粒材における転位密度変化

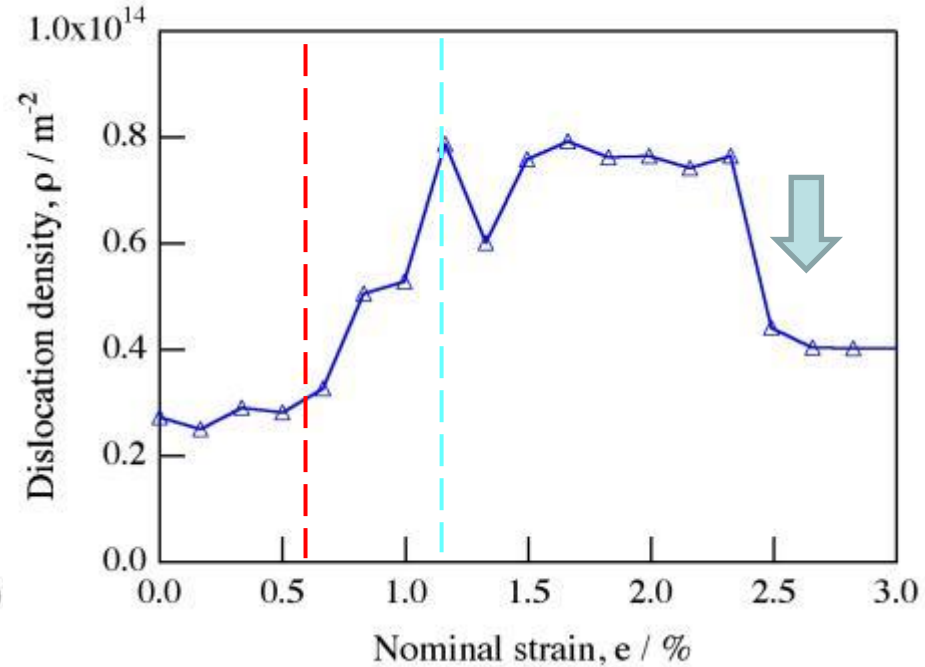
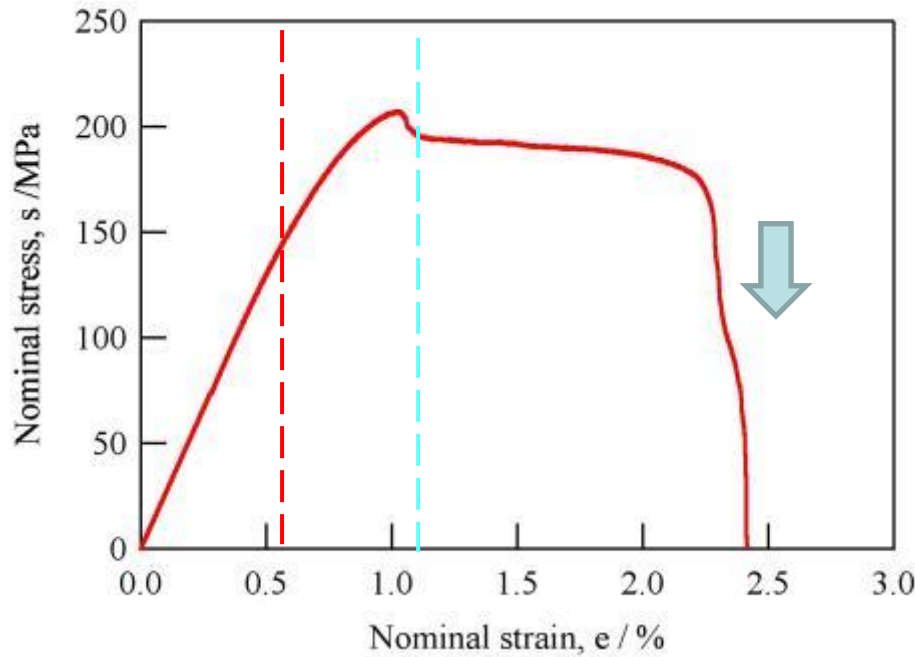


- 領域 I
  - 転位密度が急激に増加する塑性変形領域 (領域II)
  - 転位密度の変化が緩やかな塑性変形領域 (領域III)
- ⇒ 微細粒材も超微細粒材と似た変化を示す





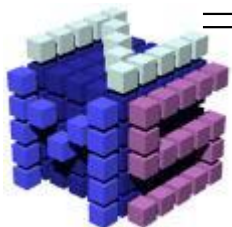
# 微細粒材における転位密度変化



破断に伴う転位密度の低下

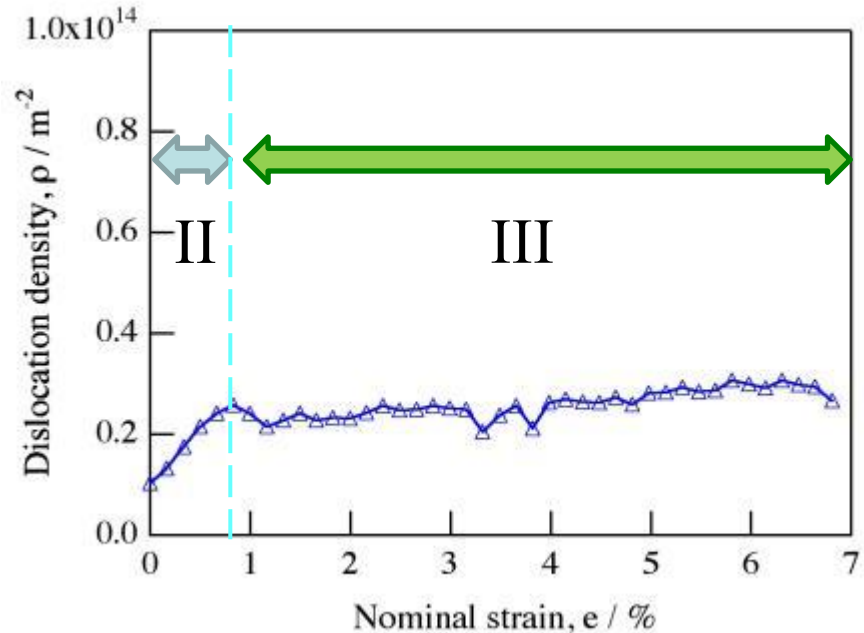
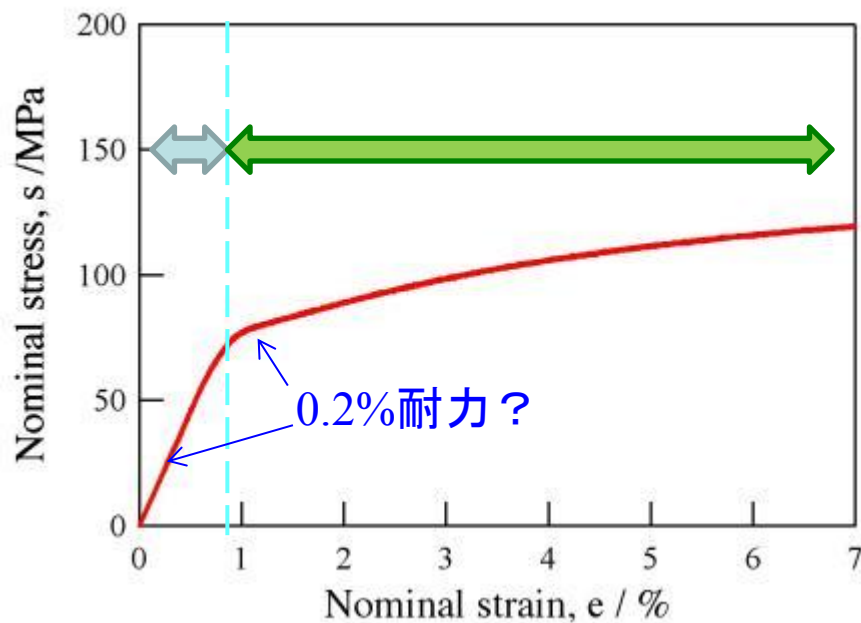
$$\Delta\rho = 3 \times 10^{13} / \text{m}^{-2}$$

⇒ 超微細粒材よりも低下量が小さい





# 粗大粒材における転位密度変化



## 領域I

- ・ 転位密度が急激に増加する塑性変形領域 (領域II)
- ・ 転位密度の変化が緩やかな塑性変形領域 (領域III)

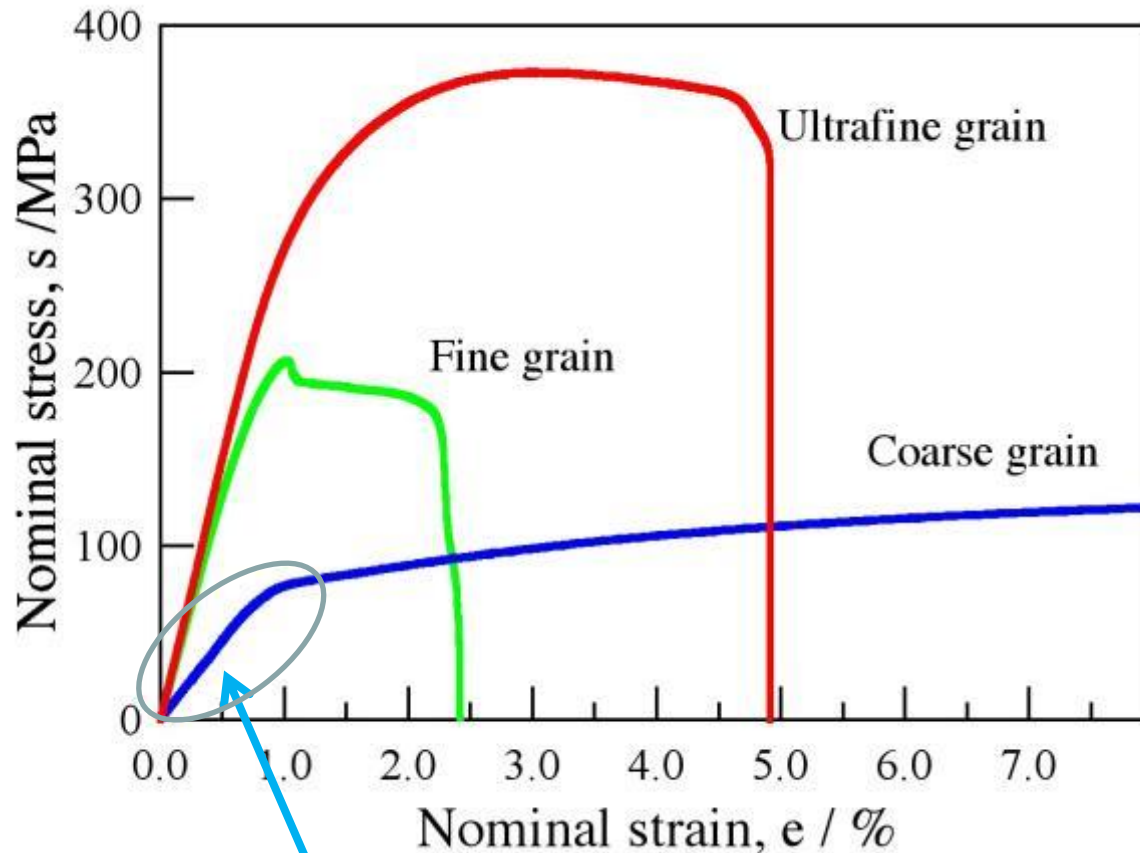
弾性変形 (領域I) がほとんど観察されない



# 考察



# 領域Iにおける応力ひずみ曲線の傾き

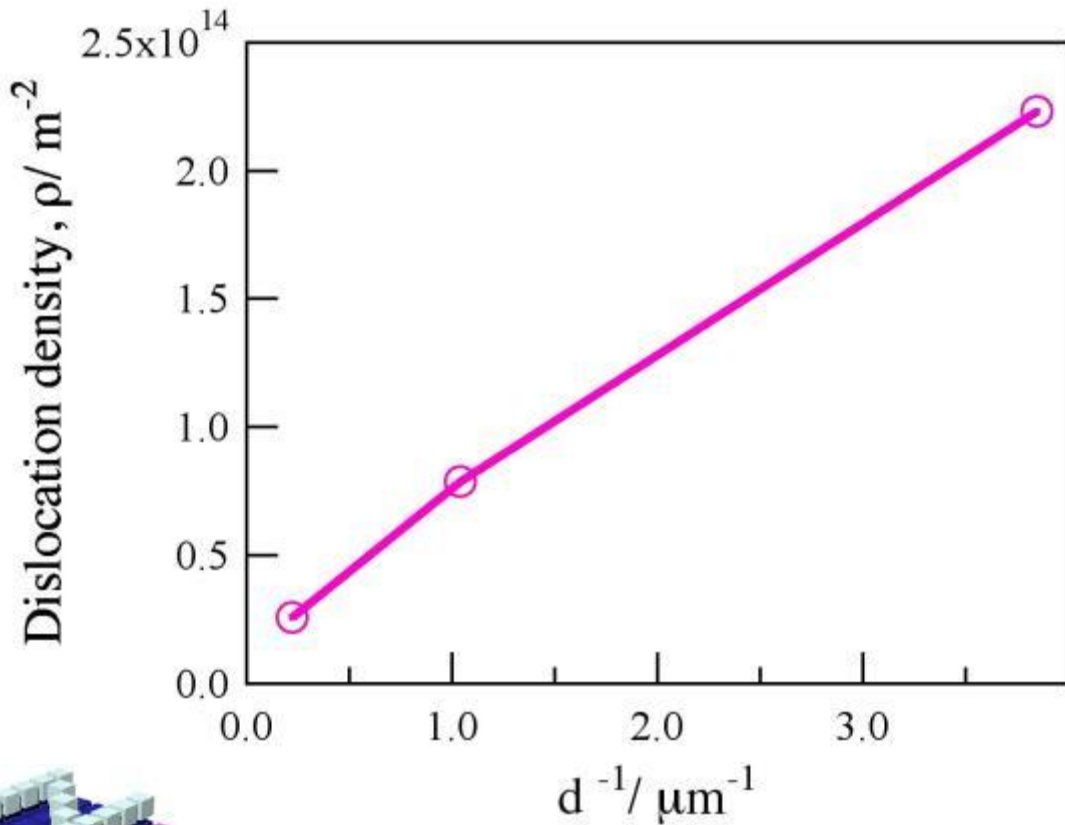


弾性変形ではなく、塑性変形



# 領域IIにおける転位密度増加

- 転位密度が大幅に増加する塑性変形領域（領域II）



領域IIから領域IIIに移行する際の転位密度は概ね**1/dに比例**



# 領域IIにおける転位密度増加

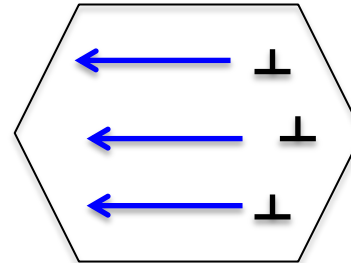
## 塑性変形速度と転位密度の関係

$$\dot{\gamma} = \rho v b$$

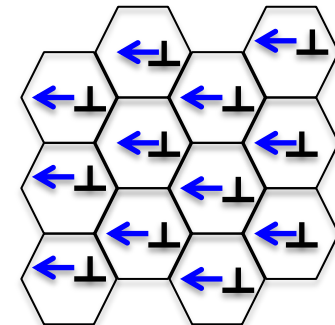
$\dot{\gamma}$  : せん断ひずみ速度  
 $\rho$  : 転位密度  
 $v$  : 転位の移動速度  
 $b$  : バーガスベクトル

この実験では、 $\dot{\gamma}$ ,  $b$ は一定

粗大粒材



微細粒材



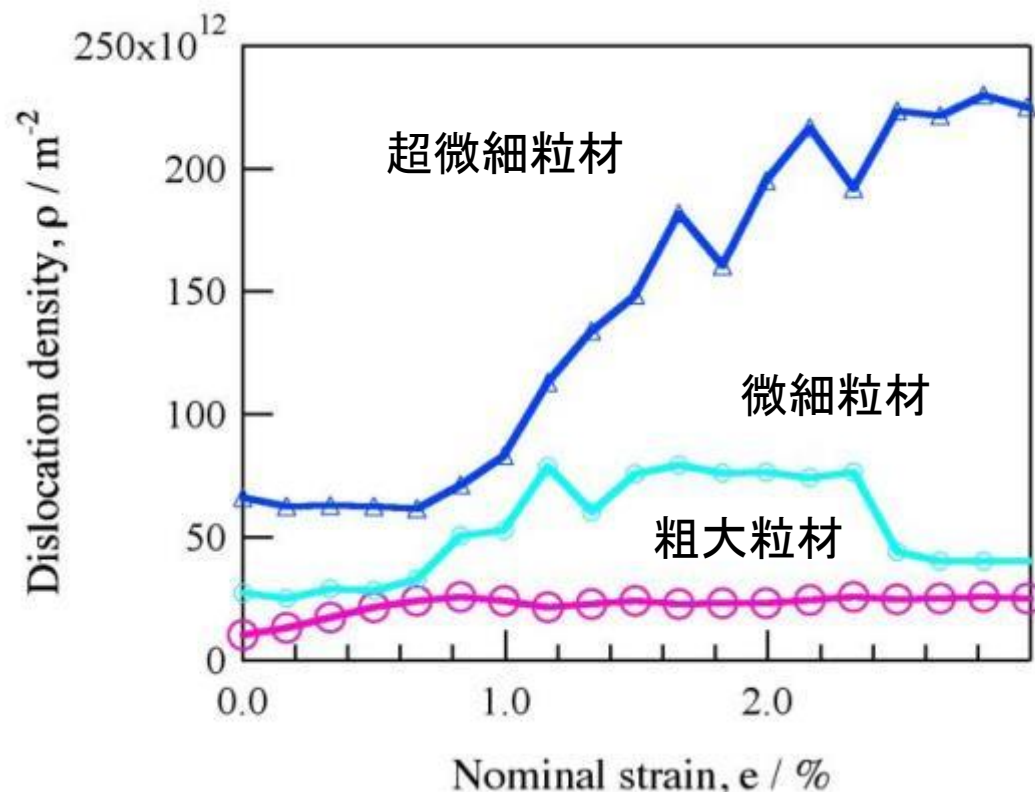
転位が容易に移動出来る距離は  
せいぜい結晶粒径程度  
⇒転位の平均移動速度 $v$ は結晶粒径が  
小さいほど減少

一定速度の塑性変形を行うためには  
結晶粒径が小さい材料ほど転位密度 $\rho$ の  
増加が必要



# 領域IIにおける転位密度増加

- 転位密度が大幅に増加する塑性変形領域（領域II）



領域IIは、一定速度の塑性変形を行うために必要な転位密度まで転位が急激に増殖する領域である



# 領域IIにおける転位密度増加

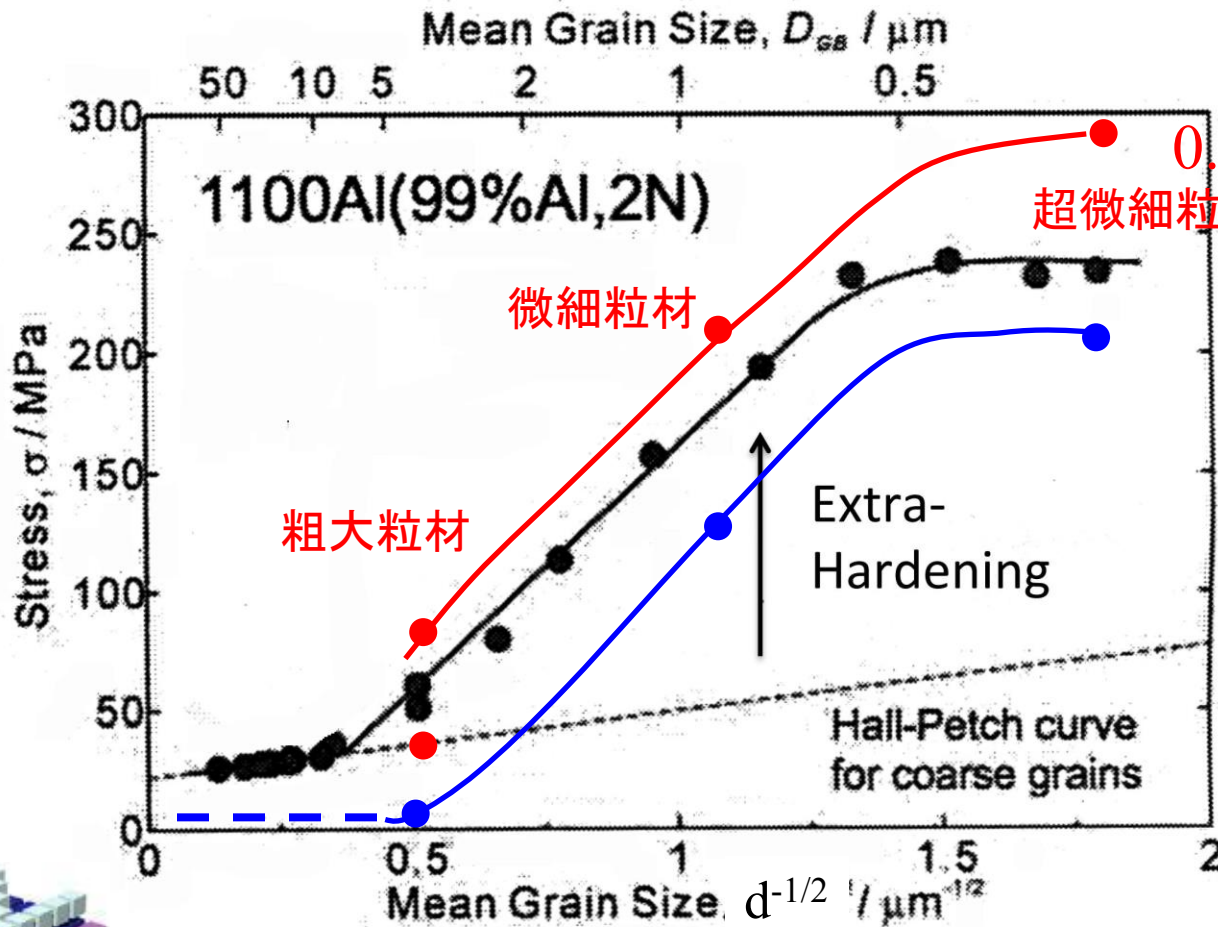
- ・ 転位密度が大幅に増加する塑性変形領域（領域II）

領域IIは、  
一定速度の塑性変形を行うために必要な転位密度まで転位が急激に  
増殖し、急激に加工硬化している領域である

つまり、微細粒材は、従来言われていたように、  
加工硬化しにくいのではなく、  
早期（領域II）に急激に転位密度が増加し、  
それに伴い急激に加工硬化するため、  
それ以降（領域III）においてさらに加工硬化しづらい、  
と考えられる



# Hall-Petch関係とExtra-Hardening現象

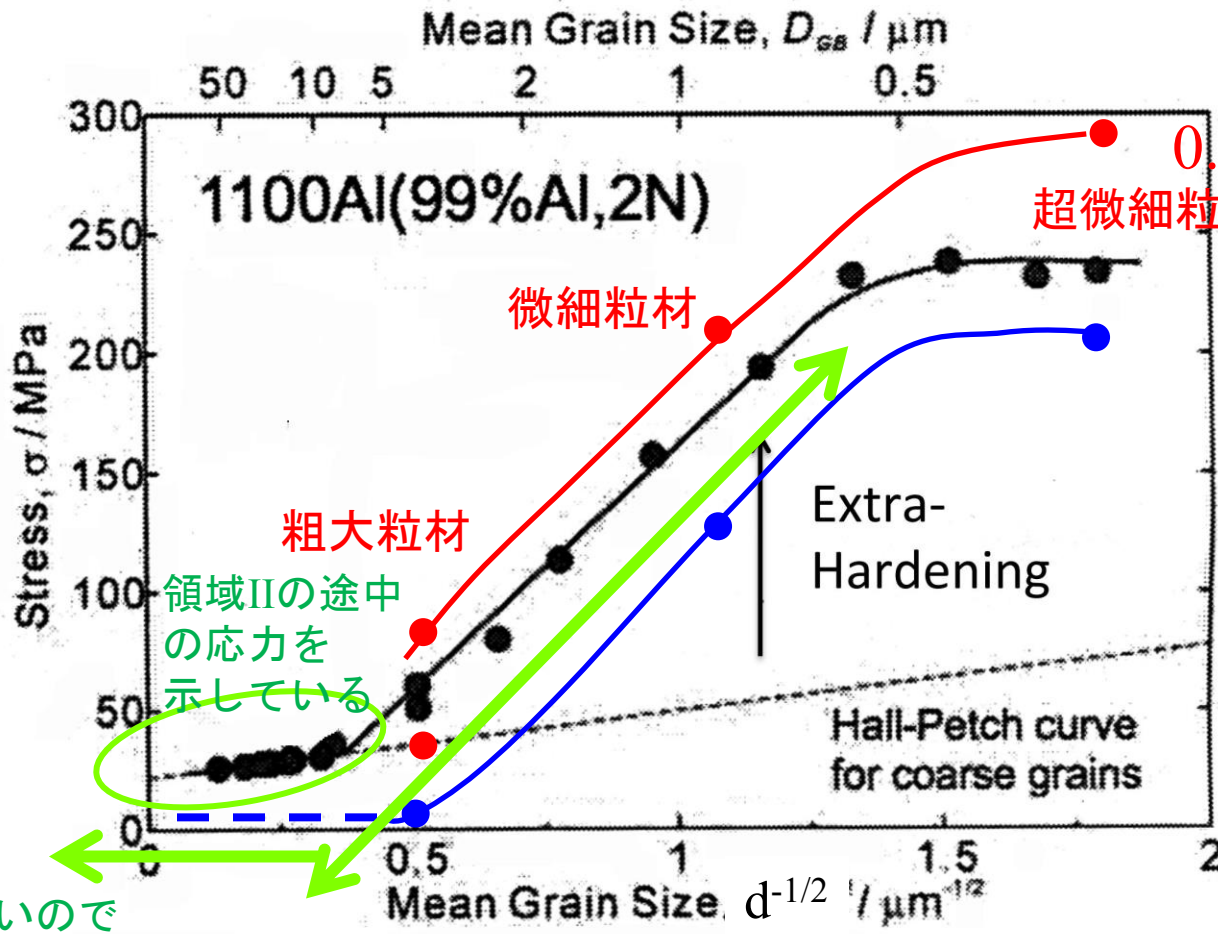


転位が増殖  
しはじめる応力





# Hall-Petch関係とExtra-Hardening現象



転位が増殖  
しはじめる応力

負には  
ならないので  
ほぼゼロ

本来のH-P曲線の傾き



# 総括

---

ARB加工により作製した超微細粒材に焼鈍を施し、結晶粒径を調整した試料について引張り変形を施しながらIn-situ X線回折実験を行った。

1. 転位密度の増加は以下の三つの段階に分けられることが分かった。
  - I：転位密度がほとんど増加しない領域
  - II：転位密度が急激に増加する塑性変形領域
  - III：転位密度が緩やかに増加する塑性変形領域
2. 粗大粒材では領域Iがほとんど見られず、かなり小さい応力により転位密度が増加した。
3. 領域IIは一定速度の塑性変形に必要な転位密度まで増加する領域であり、粒径の $-1$ 乗に比例する転位密度まで増加し、それに伴い急激に加工硬化する。
4. 超微細粒材では、領域IIにおける転位密度増加量が多いため領域IIIにおいて転位密度がほとんど増加せず、局所変形が早期に開始されると考えられる。

