

結晶粒径とひずみ速度が In-situ X 線回折で測定された 引張変形中の転位密度変化に与える影響

Effect of Strain Rates and Grain Sizes on Change in Dislocation Density during Tensile Deformation Measured by in-situ X-ray Diffraction

宮嶋 陽司^a, 足立 大樹^b
Yoji Miyajima^a, Hiroki Adachi^b

^a東京工業大学, ^b兵庫県立大学
^aTokyo Institute of Technology, ^bUniversity of Hyogo

従来、塑性変形中の転位密度の測定には、透過型電子顕微鏡法や XRD が用いられてきたが、荷重のかかった変形中ではなくて除荷した状態で測定が行われる。しかし、結晶粒径を数 μm に微細化した微細粒金属においては大量に導入された粒界が存在するために、変形後に除荷してしまうと転位が粒界へと吸収されるとの報告がある。そのため本研究においては、In-situ X 線回折を用いて、鉄鋼材料の変形中に起こる加工硬化中の転位密度の変化に対するひずみ速度と粒径の影響を、明らかにする事を目的にする。

キーワード： In-situ X 線回折、鉄鋼材料、転位密度

背景と研究目的：

金属材料の降伏応力と転位密度の間には、Bailey-Hirsch (Taylor) の式が成立している[1]。この式を用いて鉄鋼材料の塑性変形中の流動応力を予測することも試みられているが、転位密度以外に変形時のひずみ速度や結晶粒径も流動応力に影響を与えるため、Taylor の式の修正が求められている。実際 bcc 金属はその結晶構造に起因して、力学特性に対するひずみ速度依存性が極めて大きい事が知られている。また、極低炭素鋼、固溶炭素を Ti によってトラップした Interstitial free (IF) 鋼、低炭素鋼は実用材として使用されているが、その高強度化手法の一つとして結晶粒微細化強化が検討されており、結晶粒径が流動応力に影響を与える報告も存在する。

本研究においては、鉄鋼材料の変形中に起こる加工硬化中の転位密度の変化に対するひずみ速度と粒径の影響を、明らかにする事を目的にする。この研究には、SPring-8 のアンジュレータを備えるビームラインで近年ようやく実現が可能となった「引張試験中その場 XRD 測定」を用いる。近年、鉄鋼メーカーや大学を中心に、最新の測定技術を利用し組織を定量評価し、金属材料の各種強化機構をもう一度丁寧に解析し直す動きがある。また、その組織の定量化は、経験則に頼らない理論に基づいた材料設計の為に基礎データとして極めて有用であり、本課題によって得られるデータを用いた Taylor の式の修正は、研究者からだけでなく産業界からも切望されている。

実験：本実験においては結晶粒径が数 μm 程度の微細粒組織を持つ鉄鋼材料を用いたが、その作製には通常の加工熱処理を用いた。この試料から板状試料(長さ 16 mm×幅 42 mm×厚さ 0.5 mm)を放電加工機で切り出し引張試験片とし、ゴニオメータ上に設置した一軸引張試験機に取り付けた。また、図 1 に示すような透過配置で 1 次元検出器(MYTHEN)を設置し、30 keV の入射ビームを用いて In-situ X 線回折を行った。検出器には一次元半導体検出器である MYTHEN を使い、揺動を行

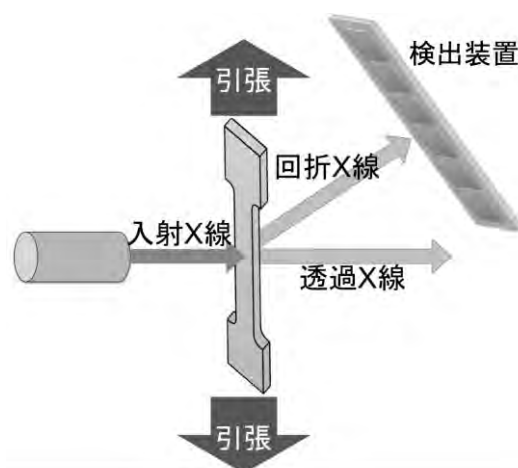


図 1. 材料試験とX線回折測定の同時実施

うことで微細粒組織を持つ組織のデバイシェラーリングの観察を行った。なお、引張試験は、初期ひずみ速度一定で行った。

結果および考察：

図 2 に示すように、Mynthen を検出器として用いた In-situ X 線回折実験では複数の回折ピークを同時に測定し、フィッティングを行うことでこれら複数の回折ピークの位置と半値幅の変化を観察することが可能となる。従来は結晶子サイズが数百 nm でないとデバイシェラーリングは観察されなかったが、本実験においては揺動を行ったために結晶粒径が数ミクロンの再結晶材からも X 線回折プロファイルの取得に成功していることが分かる。

この様に 1 秒おきに取得した X 線回折プロファイルから、荷重印加中は格子面間隔が変化するため、ピークシフトが起こり、破断後は応力が除荷されるためにピークシフトが応力印加中とは逆向きに起こることが確認された。

今後は、これらの X 線回折プロファイルに対して、Williamson-Hall 法、修正法(MWP)に基づくプログラムや、修正法の開発者が公開しているプログラム(CMWP)を利用した解析を適用して、解析を進めていく必要がある。

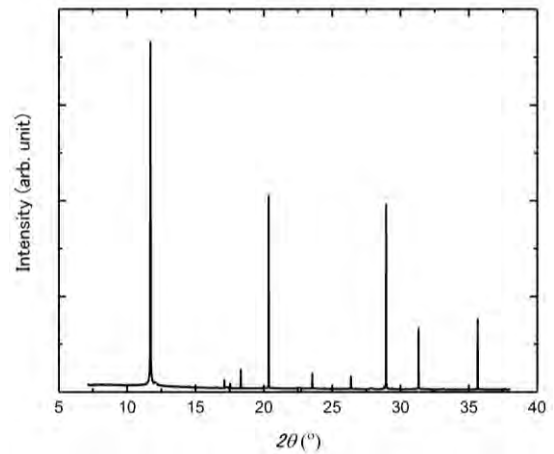


図 2. Mynthen で取得した X 線回折プロファイル

参考文献：

- [1] 加藤雅治、入門転位論、裳華房(2009).