

論文の内容の要旨

論文題目 超塑性変形中の粒界すべりに伴う緩和機構と動的組織形成

氏 名 増田 紘士

等軸微細粒組織を有する多結晶体を、高温・低ひずみ速度で変形させると、低応力で、結晶粒が等軸状態を維持しながら、引張伸びにして数百パーセントを超える巨大な延性を示す。本現象は「微細粒超塑性」として知られており、前世紀における数々の研究により、「超塑性成形」と呼ばれる強度部材の一体成型法として実用化に至った。

超塑性の研究に関する、前世紀から今世紀初頭にかけての主たる成果は、結晶粒微細化による数々の超塑性材料の開発と、超塑性変形の低温・高速化にあったと言える。一方で、「粒界すべり」が支配する複雑な変形機構については、1970年前後に有力な変形理論が提案されて以降、実験による追証が進まず、現在に至るまで目立った進展がない。

しかし、昨今のマイクロ組織の観察技術・計測技術の発展は目覚ましく、前世紀には困難であったマイクロな現象の「直接観察」が可能になってきた。特に、微視組織をナノからマイクロまでのマルチスケールで評価することが可能な走査電子顕微鏡法が、集束イオンビーム法、電子線後方散乱回折法、電子線チャネリングコントラストイメージング法などの汎用化に伴って急速に発達しており、それらが対応するスケール範囲は、粒界すべりとそれに伴う緩和機構を評価するのに最適である。同時に実用面からも、結晶粒微細化のみならず、変形中に生じる種々の物理現象を正確に予測・制御することで、超塑性成型を広く「高度化」させることへの期待が高まっている。そこで本研究では、今日の組織観察技法によって超塑性変形の微視的なメカニズムを再評価し、その高度化へ向けた新たな描像を示すことを目的とした。

本研究の前半(第2章～第4章)では、一方向に伸長した異方的な結晶粒組織を有する ODS フェライト鋼を、超塑性変形のモデル材料として利用して「二次元的粒界すべり」を発現させ、実験的アーティファクトである Floating grain の影響を抑制した条件における微視組織評価を行うことで、粒界すべりに付随する転位緩和と連続動的再結晶、拡散緩和に関して、それぞれ有益な知見を得ることができた。本研究の後半(第5章～第6章)では、代表的な実用超塑性合金である Al-Mg-Mn 合金を用いて、変形および動的組織変化のメカニズムを再評価することで、連続動的再結晶および異方的変形誘起粒

成長に関する新たな描像を得ることができた。以下にその要約を記す。

第2章 ODS フェライト鋼における二次元的粒界すべり

本章では、一方向に伸長した結晶粒組織を有する ODS フェライト鋼を作製するとともに、結晶粒の伸長方向と垂直な単軸引張変形を与えることで、「二次元的粒界すべり」が生じることを検証し、さらに緩和機構がもつひずみ速度依存性を調査した。

(1) ひずみ速度感受性指数 m が 0.3 ~ 0.6 程度まで増加するひずみ速度域 (Region II) において、二次元的粒界すべりを確認することができた。この領域においては、変形前後における試験片の寸法変化が、結晶粒の伸長方向へはほぼ完全に抑制できることを確認するとともに、表面形状測定によって、結晶粒の伸長方向へは Floating grain が、垂直方向のおよそ 1/10 程度にまで抑制されていることを確認した。

(2) Region II では、粒界すべりと結晶粒スイッチングが観察される一方で、粒内の転位や結晶回転はほとんど観察されなかった。また、Region II における見かけの活性化エネルギーは、粒界拡散の値とよく符号していたことから、この領域では粒界拡散によって緩和された粒界すべりが主たる変形機構であったと考えられる。

(3) Region II/III では、粒界すべりと、すべった粒界の近傍における転位密度が顕著に増加することを確認した。粒界すべりと転位すべりは互いに独立してはおらず、転位に緩和された粒界すべりが主たる変形機構であったと考えられる。

(4) Region III では、転位運動による粒内変形と、変形による転位密度の増加が確認された。また、転位運動に伴って、変形がより等方的な単軸引張挙動に近づいた。

第3章 二次元的粒界すべりに伴う転位緩和と連続動的再結晶

本章では、二次元的粒界すべりとせん断試験によって粒界すべりの方向を制御し、変形前後の同一視野の定点観測によって、粒界すべりと転位緩和の相互作用を分析することで、Gifkins モデル (1976)、Ball-Hutchison モデル (1969) の再評価に成功した。

(1) Region II/III では、粒界すべりに伴って、粒界近傍の「マントル」領域における転位すべりが応力緩和を担っていることが示された。マントルにおける転位すべりは、粒界すべりへの抵抗が大きな粒界突起部・湾曲部を埋めるようにして発生するとともに、マントル内をすべった転位は「コア/マントル境界」に堆積して動的回復し、最終的にはマントル領域を亜結晶粒化させることが観察された。

(2) Region III では、(1) のマントル転位緩和に加えて、すべった粒界の先端を起点に結晶粒の中心部「コア」へと伝播する転位すべりが応力緩和を伴うことが示された。その中でも、転位が反対側の粒界へ到達して塑性ひずみをつくる「すべり帯型」と、転位が結晶粒内に残留して下部組織を形成する「亜粒界型」の二種類のメカニズムが存在し、

後者が選択された場合には連続動的再結晶が生じることが明らかとなった。この二種類のメカニズムの選択と、粒界すべり方向と転位すべり方向の相対角度との間に強い相関があることから、応力集中の不均一性と結晶の異方性によって転位緩和機構が決定されていると考えられる。

第4章 二次元的粒界すべりに伴う拡散緩和

本章では、二次元的粒界すべりとせん断試験によって粒界すべりを制御し、変形前後の同一視野の定点観測によって、Region II における拡散緩和機構を分析することで、Ashby-Verrall モデル (1973)、Lee/Spingarn-Nix モデル (1970/1976) を再評価することに成功した。

(1) 結晶粒同士が互いに離れ合うように移動した粒界には、縞状模様を有する「ストライエーション帯」が形成した。このストライエーション帯は、それを挟む両側で結晶粒同士が剛体的に移動した隙間を埋めるように現れたことから、空隙化した粒界へ体積流入が生じ、流入した金属体積の熱成長酸化によって形成したものだと考えられる。従って、ストライエーション帯は、引張内部応力が作用した粒界への体積流入を示す痕跡として利用することができる。

(2) 結晶粒同士が互いに重なり合うように移動した粒界では、粒界が通過しているサブミクロングリッドの面積減少が確認された。これは、結晶粒の移動によって圧縮内部応力を受ける粒界からの体積流出によるものだと考えることができる。

(3) 上述のように、結晶粒の移動に伴う内部応力の揺らぎに応じて、顕著な体積移動が確認された。これは、内部応力揺らぎに伴う空孔濃度勾配を駆動力とした、空孔拡散モデルで説明できる。なお、第1章で測定した見かけの活性化エネルギーが粒界拡散の値と符合していることから、拡散経路は粒界をとったことが示唆され、この点は古典的な拡散緩和モデルと一致している。しかし、拡散の駆動力となる空孔濃度揺らぎが、Lee/Spingarn-Nix モデルのようなマクロな主応力成分ではなく、結晶粒の相対移動に伴うミクロな内部応力揺らぎに従う点には注意をする必要がある。

第5章 超塑性アルミニウム合金における転位緩和と連続動的再結晶

本章では、第3章で示した、二次元モデル材料における粒界すべりを緩和する転位運動と連続動的再結晶に関する理解を、実用超塑性合金へ展開することを目的として行われた。超塑性 Al-Mg-Mn 合金における Region III での変形組織を観察し、第3章で観察された二次元組織とのアナロジーによって、ミクロな変形機構および組織変化機構を逆問題的に解釈した。ここで得られた知見は以下の通りである。

(1) Region III での変形は「粒界すべり」と「粒内転位すべり」の重畳によって生じてお

り、表面観察より計測したそれぞれの機構の寄与率は、前者が約 44%、後者が約 56% であった。

(2) 連続動的再結晶は、転位壁の形成、転位の動的回復による亜粒界の形成、亜粒界の成長による大角化によって生じることが確認された。特に、下部組織（転位壁および小角粒界）は、変形の初期は粒界近傍のマントルで生じ、変形中期以降はコアにまで伝播して粒全体で生じていた。これらの下部組織の生成サイトを分析することで、組織形成機構は、変形初期は「修正 Gifkins モデル」型、変形中期以降は「修正 Ball-Hutchison モデル」型によりそれぞれ上手く説明できることが分かった。

第 6 章 超塑性アルミニウム合金における異方的変形誘起粒成長

本章では、典型的な準単相型の超塑性合金である Al-Mg-Mn 系で異方的変形誘起粒成長を観察し、そのメカニズムを理解することを目的とした。この粒成長機構の完全な解明自体は道半ばではあるものの、粒界すべりに伴い、隣接結晶粒同士が引張方向へ連なると同時に、回転・合体することによって異方的な粒成長を生じているという全く新たな描像が示唆された。

(1) Region II での主たる変形機構は、拡散により緩和された粒界すべりと結晶粒回転であり、第 4 章のモデルによって変形機構をよく解釈することが出来た。

(2) 変形後の微視組織には、引張軸方向へのみ粒成長した伸長粒と、ほとんど粒径変化の変化していない等軸粒からなる混合構造を有しており、前者の伸長粒は、小角粒界によって等軸に近い亜結晶粒に区画分けされた、特徴的な下部構造を有していた。

(3) これらのモデルに基づき、以下の変形誘起粒成長モデルを提案した。粒界すべりによって、隣接する結晶粒同士は引張軸方向へ連なるように移動する。この際、局所的な力学モーメントによる結晶粒回転が生じて粒界角が変化し、ある確率で方位差が低角化した粒界では、その回転の駆動力が力学モーメント型から粒界エネルギー型に切り替わる。この時、結晶粒回転は粒界角を低下させるような志向性を得るため、最終的には、結晶粒同士が引張方向へ連結して合体した組織が形成すると考えられる。