

## 放射光三次元計測による局所ひずみを考慮したアルミニウム合金の変形集合組織形式シミュレーション

Kono, Aya  
Toyohashi University of Technology : Graduate Student

Kobayashi, Masakazu  
Toyohashi University of Technology

Toda, Hiroyuki  
九州大学大学院工学研究院 : 教授

三浦, 博己

<https://hdl.handle.net/2324/1804186>

---

出版情報 : 軽金属. 64, pp. 557-563, 2014-04-01. 軽金属学会  
バージョン :  
権利関係 :



放射光三次元計測による局所ひずみを考慮したアルミニウム合金の変形集合組織形成シミュレーション

Simulation of deformation texture evolution in aluminum alloy considering with local strain obtained by synchrotron 3D measurement

河野 亜耶<sup>1\*</sup>, 小林 正和<sup>1</sup>, 戸田 裕之<sup>2</sup>, 三浦 博己<sup>1</sup>

<sup>1</sup> 豊橋技術科学大学 機械工学系

<sup>2</sup> 九州大学 機械工学部門

\*大学院生

The presence of heterogeneous deformation is a one of key issue in a prediction model of deformation texture development. Recently, not only local strain mapping but also crystallographic orientation mapping is possible to obtain within aluminum alloy by using synchrotron radiation. In this study, local strain mapping and orientation mapping were obtained by microtomography and three-dimensional X-ray diffraction using synchrotron radiation in Al-4Pb alloy. Simulation of deformation texture evolution has been performed based on crystal plasticity model. The simulation started from actual microstructure and the obtained local strain was applied. The simulation produced similar microstructure to the actual one. Therefore, heterogeneous strain distribution is very important for the development of deformation texture.

**Keywords:** Al-Pb alloy, crystal plasticity, local strain, X-ray tomography, 3DXRD

## 1. 諸 言

アルミニウム合金の塑性変形は {111} 面上の 12 組の <011> すべり変形によって為される。すべり変形によつて生じる塑性変形は結晶塑性モデル<sup>1)</sup> によって定式化されており、結晶塑性モデルを用いて多結晶金属材料の変形集合組織を解析・予測しようとする研究が行われてゐる。古典的な変形集合組織予測モデルとして Sachs モデル<sup>2)</sup> や Taylor モデル<sup>3)</sup> が知られている。Taylor モデルによる変形集合組織の予測は実際の組織と定性的に一致を示すとされるが、実際の組織に比べ、予測結果は幾分先鋭な集合組織となる。これは Taylor モデルがひずみの連続性を保つため試験片全体の変形と多結晶中の個々の結晶粒が同様に変形するという少々手荒な近似が原因であるとされる。結晶は力学特性の異方性を持ち、多結晶粒のそれぞれの結晶は異なる結晶方位を持つことから、すべての結晶粒が試験片全体と同様に変形するとして扱うのは無理がある。そこで、様々な方法で結晶粒の不均一な変形の効果を取り入れる修正モデル<sup>4,5)</sup> が提案され、実際に変形集合組織予測に用いられている。

最近、高輝度光源である放射光を利用した X 線コンピュータ・トモグラフィ (X 線 CT) の高分解能化が進んでゐる。X 線 CT は、非破壊で 3 次元観察ができることから、変形や破壊プロセスなどの 4 次元 (3D + 時間) 観察に適した手法<sup>6~13)</sup> として知られている。アルミニウム合金では、放射光 CT で得られた 3D 画像中に数万~数十万点に及ぶ析出粒子、晶出粒子や水素ミクロポア

などのミクロ組織特徴点を見ることができ、それらが材料の変形破壊<sup>7~9)</sup> やき裂進展<sup>10~13)</sup> にどのような影響を及ぼしているかが調査されている。そして、ミクロ組織特徴点を活用して変形中の材料内部の局所ひずみの3次元分布を得る方法<sup>14)</sup> が開発されており、現在、材料内部の不均一変形の評価が可能となっている。さらに、最近では、放射光のX線回折を利用して材料内部の3次元的な結晶方位情報を得る<sup>15)</sup> こともできるようになっている。転位の導入によって、結晶格子が乱れるため大きな塑性変形後にX線回折で結晶粒の結晶方位を測定することは困難であるが、回復し易いアルミニウム合金であれば、ひずみ量の少ない範囲において塑性変形後の結晶方位情報を取得可能である。

そこで、本研究ではアルミニウムに局所ひずみのマッピングを可能とするために鉛粒子を添加したアルミニウム合金において、放射光による3次元測定手法を用い引張変形前後の結晶組織の変形ひずみおよび結晶方位情報を取得した。シミュレーション予測の実際の組織との不一致が局所変形によるものであるとするなら、放射光による計測結果に基づけば、より精密な変形集合組織形成予測が可能になると考えられる。そのため、放射光による局所結晶塑性情報を用いて変形集合組織形成のシミュレーションを行い、実際の組織の再現を試みた。結晶塑性モデルを有限要素解析に組み入れて、不均一変形と変形集合組織を同時に再現する手法の開発<sup>16)</sup>が進んでいるが、本研究では、実験で得られた実際の局所ひ

ずみを比較的シンプルなモデルとして適用することで、変形集合組織発達における局所ひずみの重要性を確認することとした。

## 2. 実験方法

### 2.1 試料

実験試料は局所ひずみ計測のために、マーカー粒子として鉛を含んだ Al-4 mass% Pb 合金である。純度 99.99% のアルミニウムと純度 99.9% の鉛を溶解炉にて溶解し、組織中に鉛粒子が微小に分散するよう銅製鋸型を使って急冷し約 500g のインゴットを作製した。インゴットを約 15mm の幅で切断し、50% の冷間圧延を施し板状にした後、730K で 4 時間の熱処理を加えることで組織を再結晶させて、粒径 150  $\mu\text{m}$  程度の組織とした。熱処理後の鉛粒子径は約 2  $\mu\text{m}$  程度である。放電加工により、圧延板から断面積 0.6 mm  $\times$  0.6 mm, 全長 17 mm の Fig. 1 に示すような I 字型引張試験片を作製した。

### 2.2 放射光実験

引張変形前（マクロひずみ 0%）の結晶方位の 3 次元マップを得るために、欧洲の放射光施設 ESRF (European Synchrotron Radiation Facility) で 3DXRD<sup>15)</sup>を行った。次に、試料内部の局所的な変形ひずみの 3 次元マッピングを得るために、段階的に引張負荷（マクロひずみ 4.8% および 8.8%）を行い、日本の放射光施設 SPring-8 にて X 線 CT 撮像を行った。本実験で用いた試料の I 字型引

張試験片 (Fig. 1) を用いた予備試験と放射光実験における公称応力と公称ひずみの関係は, Fig. 2 に示される。得られた CT 画像に関して画像解析により, マーカーとして添加した鉛の粒子の位置を追跡し, 3 次元で試料内部の局所的なひずみ量 ( $E_{11}, E_{22}, E_{33}, E_{12}, E_{23}, E_{31}$ ) および塑性回転量 ( $\Omega_{12}, \Omega_{23}, \Omega_{31}$ ) を取得した<sup>14)</sup>。引張および X 線 CT 後, 変形後の結晶方位回転量 (方位差)  $\omega_{ij}^*$  を調べるために, 再び ESRF にて 3DXRD を行った。3 次元局所ひずみおよび結晶方位データは, 3DXRD の空間分解能に合わせて, 試料内部を分割した  $(5\mu\text{m})^3$  の微小体積に割り当て, シミュレーションに用いた。

### 2.3 3DXRD による結晶方位測定

ESRF の回折実験専用ビームライン ID11 にて, 3DXRD 法により変形前および変形後 (マクロひずみ 0% および 8.8%) の結晶方位の 3 次元測定を行った。Fig. 3 に 3DXRD のセットアップ模式図を示す。単色化された X 線は, 集光結晶とスリットにより高さ  $10\mu\text{m}$  の板状のビームとして試料に照射される。結晶方位マップを作成するための小ディテクタと結晶方位の角度精度が良い大ディテクタの 2 つの検出器が配置される。大ディテクタの前方には, ダイレクトビームが検出器に入らないようにビームストップが配置されている。変形前は X 線エネルギー  $46.9\text{ keV}$  ( $\lambda=0.026\text{ nm}$ ) を使用した。X 線回折像は, 大小二つの可視光変換型の 2 次ディテクタにより検出する。小ディテクタ (Quantix,  $1536 \times 1024$  ピクセル, ピ

クセルサイズ  $4.3\text{ }\mu\text{m}$ , ダイナミックレンジ 12bit), 大ディテクタ (FReon4M,  $2048 \times 2048$  ピクセル, ピクセルサイズ  $50\text{ }\mu\text{m}$ , ダイナミックレンジ 16bit) の試料からの距離はそれぞれ  $5\text{ mm}$  と  $195\text{ mm}$  である。露光時間は 2 秒で露光中に  $1^\circ$  回転させ, 試料を試料台にセットした状態を回転角  $0^\circ$  として, アルミニウムは FCC 構造であることから, 対称性を考慮してスキャンを行う回転角度は  $-22.5^\circ \sim 22.5^\circ$  と  $67.5^\circ \sim 112.5^\circ$  の間とした。1スキャンを約 15 分かけて撮像し, 1スキャン後  $10\text{ }\mu\text{m}$  試料を下げ, 合計 40 層分 ( $400\text{ }\mu\text{m}$ ) のスキャンを行った。得られた X 線回折画像から grain sweeper<sup>17)</sup> を使って結晶方位情報を算出した。得られた結晶方位は  $5\text{ }\mu\text{m}$  間隔のグリッドに割り当てて結晶方位マップとした。

変形後の X 線回折像は, X 線エネルギー  $52.0\text{ keV}$  ( $\lambda=0.024\text{ nm}$ ) を使い, 小ディテクタ (Imagestar,  $2048 \times 2048$  ピクセル, ピクセルサイズ  $4.5\text{ }\mu\text{m}$ , ダイナミックレンジ 16bit, 試料-検出器間距離  $17\text{ mm}$ ) を変更し, 他のセットアップは変形前と同様で, 50 層分 ( $500\text{ }\mu\text{m}$ ) の撮像を行って, 結晶方位マップを得た。なお, 3DXRD 実験時に荷重は負荷していない。塑性変形による残留ひずみは結晶方位決定に影響しなかった。

## 2.4 X 線 CT による局所ひずみ計測

X 線 CT 撮像は高輝度放射光施設 SPring-8 にて行った。Fig. 2 の公称応力-公称ひずみ曲線に示すように 0.0%, 4.4%, 8.8% の引張ひずみを与えた状態での撮像を行った。

X 線 CT では 20keV ( $\lambda = 0.062\text{nm}$ ) の X 線エネルギーを用いた。検出器は可視光変換型で、CCD カメラ（浜松フオトニクス株式会社 C4880-41S,  $4000 \times 2624$  ピクセルを  $2 \times 2$  binning モードで使用），光学レンズ（20 倍）およびシンチレータ（Ce ドープ  $\text{Lu}_2\text{SiO}_5$  結晶）で構成されている。Fig. 4 で示すように、材料試験機が回転ステージ上に設置され、屈折で輪郭強調がなされるように試料から検出器までの距離は 55mm 程度とした。透過像の撮像枚数は 1500 枚 /  $180^\circ$  で、これを再構成した CT 画像のボクセルサイズは  $(0.5\mu\text{m})^3$  である。再構成はフィルタ補正畳込逆投影法（Filtered convolution back projection）<sup>18)</sup> を使った。

再構成した CT 画像は、線吸収係数  $0 \sim 1024\text{cm}^{-1}$  を 8bit レンジに割り当てた 8bit 画像に変換し、グレー値 20 をしきい値として二値化を行い、画像から鉛粒子を抽出した。3 次元画像解析によって鉛粒子の座標位置を求め、各段階の負荷前後において、マッチングパラメータ法<sup>14)</sup>を用いてその位置を追跡した。そして、鉛粒子の位置変化からその場所の局所的なひずみを計算した<sup>14)</sup>。計算結果は、3DXRD の空間分解能に合わせて  $5\mu\text{m}$  の 3 次元グリッドに配置された。

### 3. シミュレーション方法

変形組織予測のシミュレーションは、試料内部を  $(5\mu\text{m})^3$  の微小体積に分割して行った。シミュレーションは塑性ひずみのみを考慮し、弾性ひずみの影響は考慮し

ないこととした。離散化したそれぞれの微小体積の変形と、その微小体積における結晶のすべり変形による変形の間には、両者が一致する<sup>1)</sup>とする式(1)の関係が成立つ。

$$E_{ij}^s + (\Omega_{ij}^s - \omega_{ij}^*) = g_{ij}(\varepsilon_{ij}^c + \omega_{ij}^c) \quad (1)$$

ここで  $E_{ij}^s$ ,  $\Omega_{ij}^s$  は、試料座標系において変位勾配テンソルを分解することによって得られるひずみテンソルとその回転成分であり、これらは放射光実験から測定値として得られる。 $\omega_{ij}^*$  は変形前後の結晶の方位回転による方位差、 $\varepsilon_{ij}^c$  は結晶座標系におけるすべり変形によるひずみ量、 $\omega_{ij}^c$  は結晶座標系におけるすべり変形による回転量、 $g_{ij}$  は試料座標系と結晶座標系を変換する結晶方位マトリックスで、放射光実験で計測した。結晶のすべり変形は結晶格子固有のすべり系で起こるため、すべり変形による塑性ひずみ  $\varepsilon_{ij}^c$  および塑性スピント  $\omega_{ij}^c$  は、

(2)式および(3)のように表される<sup>1)</sup>。

$$\varepsilon_{ij}^c = \sum_{\alpha, \beta} \frac{1}{2} \gamma^{\alpha\beta} (n_i^\alpha l_j^{\alpha\beta} + n_j^\alpha l_i^{\alpha\beta}) = \sum_{\alpha, \beta} \gamma^{(\alpha\beta)} C_{ij}^{(\alpha\beta)} \quad (2)$$

$$\omega_{ij}^c = \sum_{\alpha, \beta} \frac{1}{2} \gamma^{\alpha\beta} (n_i^\alpha l_j^{\alpha\beta} - n_j^\alpha l_i^{\alpha\beta}) = \sum_{\alpha, \beta} \gamma^{(\alpha\beta)} D_{ij}^{(\alpha\beta)} \quad (3)$$

ここで、 $\alpha$ と $\beta$ は、すべり面とすべり方向を表し、 $\gamma^{(\alpha\beta)}$ は、 $\alpha\beta$ すべり系のすべり変形量、 $n_i$ および $n_j$ は結晶座標系におけるすべり面法線ベクトル、 $l_i$ および $l_j$ は結晶座標系におけるすべり方向ベクトルである。

FCC構造のアルミニウム合金で、塑性変形で体積変化が生じないとしたとき、式(1)および式(2)からひずみ成

分  $E^s_{ij}$  は、以下のような 5 つの独立した式として表すこと

ができる。

$$\frac{1}{|g_{ij}|} \left\{ (g_{22}g_{33} - g_{23}g_{32})E_{11}^s + (g_{13}g_{32} - g_{12}g_{33})E_{21}^s + (g_{12}g_{23} - g_{13}g_{22})E_{31}^s \right\}$$

$$= \gamma^{(11)}C_{11}^{(11)} + \gamma^{(21)}C_{11}^{(21)} + \gamma^{(31)}C_{11}^{(31)} + \gamma^{(41)}C_{11}^{(41)} + \gamma^{(12)}C_{11}^{(12)} + \gamma^{(22)}C_{11}^{(22)} +$$

$$\gamma^{(32)}C_{11}^{(32)} + \gamma^{(42)}C_{11}^{(42)} + \gamma^{(13)}C_{11}^{(13)} + \gamma^{(23)}C_{11}^{(23)} + \gamma^{(33)}C_{11}^{(33)} + \gamma^{(43)}C_{11}^{(43)}$$

$$\frac{1}{|g_{ij}|} \left\{ (g_{22}g_{31} - g_{21}g_{33})E_{12}^s + (g_{11}g_{33} - g_{13}g_{31})E_{22}^s + (g_{13}g_{21} - g_{11}g_{23})E_{32}^s \right\}$$

$$= \gamma^{(11)}C_{22}^{(11)} + \gamma^{(21)}C_{22}^{(21)} + \gamma^{(31)}C_{22}^{(31)} + \gamma^{(41)}C_{22}^{(41)} + \gamma^{(12)}C_{22}^{(12)} + \gamma^{(22)}C_{22}^{(22)} +$$

$$\gamma^{(32)}C_{22}^{(32)} + \gamma^{(42)}C_{22}^{(42)} + \gamma^{(13)}C_{22}^{(13)} + \gamma^{(23)}C_{22}^{(23)} + \gamma^{(33)}C_{22}^{(33)} + \gamma^{(43)}C_{22}^{(43)}$$

$$\frac{1}{|g_{ij}|} \left\{ (g_{22}g_{33} - g_{23}g_{32})E_{12}^s + (g_{13}g_{32} - g_{12}g_{33})E_{22}^s + (g_{12}g_{23} - g_{13}g_{22})E_{32}^s \right\}$$

$$= \gamma^{(11)}C_{12}^{(11)} + \gamma^{(21)}C_{12}^{(21)} + \gamma^{(31)}C_{12}^{(31)} + \gamma^{(41)}C_{12}^{(41)} + \gamma^{(12)}C_{12}^{(12)} + \gamma^{(22)}C_{12}^{(22)} +$$

$$\gamma^{(32)}C_{12}^{(32)} + \gamma^{(42)}C_{12}^{(42)} + \gamma^{(13)}C_{12}^{(13)} + \gamma^{(23)}C_{12}^{(23)} + \gamma^{(33)}C_{12}^{(33)} + \gamma^{(43)}C_{12}^{(43)}$$

$$\frac{1}{|g_{ij}|} \left\{ (g_{22}g_{31} - g_{21}g_{33})E_{13}^s + (g_{11}g_{33} - g_{13}g_{31})E_{23}^s + (g_{13}g_{21} - g_{11}g_{23})E_{33}^s \right\}$$

$$= \gamma^{(11)}C_{23}^{(11)} + \gamma^{(21)}C_{23}^{(21)} + \gamma^{(31)}C_{23}^{(31)} + \gamma^{(41)}C_{23}^{(41)} + \gamma^{(12)}C_{23}^{(12)} + \gamma^{(22)}C_{23}^{(22)} +$$

$$\gamma^{(32)}C_{23}^{(32)} + \gamma^{(42)}C_{23}^{(42)} + \gamma^{(13)}C_{23}^{(13)} + \gamma^{(23)}C_{23}^{(23)} + \gamma^{(33)}C_{23}^{(33)} + \gamma^{(43)}C_{23}^{(43)}$$

$$\frac{1}{|g_{ij}|} \left\{ (g_{21}g_{32} - g_{22}g_{31})E_{11}^s + (g_{12}g_{31} - g_{11}g_{32})E_{21}^s + (g_{11}g_{22} - g_{12}g_{21})E_{31}^s \right\}$$

$$= \gamma^{(11)}C_{31}^{(11)} + \gamma^{(21)}C_{31}^{(21)} + \gamma^{(31)}C_{31}^{(31)} + \gamma^{(41)}C_{31}^{(41)} + \gamma^{(12)}C_{31}^{(12)} + \gamma^{(22)}C_{31}^{(22)} +$$

$$\gamma^{(32)}C_{31}^{(32)} + \gamma^{(42)}C_{31}^{(42)} + \gamma^{(13)}C_{31}^{(13)} + \gamma^{(23)}C_{31}^{(23)} + \gamma^{(33)}C_{31}^{(33)} + \gamma^{(43)}C_{31}^{(43)}$$

この連立方程式の未知数  $\gamma^{(\alpha\beta)}$  は、 FCC 構造のすべり系の数、12 個あるが、式(4)の 5 つの方程式を用いてすべり量を決定するために、12 中 5 つが働くものとした。どの 5 つのすべり系が働くかは、すべり変形のせん断応力を一

定と仮定して、12中5つを選択する全ての組合せにおいて、塑性仕事量を計算し、それが最小となる5つの組合せが物理的にみて妥当であるとして決定した。なお、不純物元素の存在や転位の蓄積などが個々のすべり系によって違い、すべり系のせん断応力はそれぞれで変化すると考えられるが、それをモデル化するに参考となる十分な実験的知見は見当たらない。今回のシミュレーションモデルでは、単純にすべり変形のせん断応力を一定として取り扱うこととした。

式(4)のひずみ成分の等式から塑性仕事量が最小となるすべり系のすべり量を得た後、その働いた5つのすべり系のすべり量（仮に $\gamma^{(11)}$ ,  $\gamma^{(21)}$ ,  $\gamma^{(31)}$ ,  $\gamma^{(41)}$ ,  $\gamma^{(12)}$ とする）を用いて、式(1)と式(3)から導かれる回転に関する以下の式により、結晶方位回転量 $\omega_{ij}^*$ を計算した。

$$\omega_{12}^* = \frac{1}{|g_{ij}|} \left\{ (g_{22}g_{33} - g_{23}g_{32})\Omega_{12}^s + (g_{13}g_{32} - g_{12}g_{33})\Omega_{22}^s + (g_{12}g_{23} - g_{13}g_{22})\Omega_{23}^s \right\} - (\gamma^{(11)}D_{12}^{(11)} + \gamma^{(21)}D_{12}^{(21)} + \gamma^{(31)}D_{12}^{(31)} + \gamma^{(41)}D_{12}^{(41)} + \gamma^{(12)}D_{12}^{(12)})$$

$$\omega_{23}^* = \frac{1}{|g_{ij}|} \left\{ (g_{23}g_{31} - g_{21}g_{33})\Omega_{13}^s + (g_{11}g_{33} - g_{13}g_{31})\Omega_{23}^s + (g_{13}g_{21} - g_{11}g_{23})\Omega_{33}^s \right\} - (\gamma^{(11)}D_{23}^{(11)} + \gamma^{(21)}D_{23}^{(21)} + \gamma^{(31)}D_{23}^{(31)} + \gamma^{(41)}D_{23}^{(41)} + \gamma^{(12)}D_{23}^{(12)})$$

$$\omega_{31}^* = \frac{1}{|g_{ij}|} \left\{ (g_{21}g_{32} - g_{22}g_{31})\Omega_{11}^s + (g_{12}g_{31} - g_{11}g_{32})\Omega_{21}^s + (g_{11}g_{22} - g_{12}g_{21})\Omega_{31}^s \right\} - (\gamma^{(11)}D_{31}^{(11)} + \gamma^{(21)}D_{31}^{(21)} + \gamma^{(31)}D_{31}^{(31)} + \gamma^{(41)}D_{31}^{(41)} + \gamma^{(12)}D_{31}^{(12)})$$

得られた回転量 $\omega_{ij}^*$ を回転マトリックスに変換し、結晶方位 $g_{ij}$ に適用することで、微小体積の結晶方位を更新する。そして、結晶方位を更新した微小体積に次の段階で

計測された局所ひずみの適用することを繰り返して、結晶方位の予測を行う。

以上のように、計算方法は Taylor モデルで用いられるものと同様の古典的な手法<sup>3)</sup>である。各微小体積の結晶方位回転の計算は独立して行われるので、粒内の不均一変形による粒内方位差の再現が期待できる。なお、実測のひずみを用いているため、各微小体積間においてひずみの連続性は保たれると解釈できるが、Taylor モデル同様に応力については釣合を満足しない。

今回の実験においては、マクロな引張ひずみ 0.0%，4.8% および 8.8% についてのみ実験によって材料内部の局所ひずみ計測は為されている。シミュレーションではひずみ増分ステップ毎に塑性仕事量が最小のすべり系の組合せを選択し、次の組織状態を作りだしていくアルゴリズムを採用しているため、大きなひずみ増分と小さなひずみ増分では、通算で同じひずみ量の変形が与えられた後において結晶方位回転の計算結果が異なる可能性がある。4～5%のひずみ増分は、計算に供するにはやや大きすぎると思われる所以、0%～4.8% および 4.8%～8.8% の間の局所ひずみの分布はそのままで比例して増加するものと仮定して、1.2% または 1% のひずみ増分ごとの局所ひずみ増分を求めて、集合組織予測の計算に供した。

加えて、試験片のマクロひずみの変化と内部のひずみが一様である条件 (Taylor モデル) でもシミュレーションを実行して結果を局所ひずみの場合と比較した。

Taylor モデルに適用するひずみ増分は、測定した局所ひずみ 0%～4.8%，4.8%～8.8%間の変化量をそれぞれ平均し算出した。

#### 4. 結果および考察

##### 4.1 放射光実験結果

Fig. 5 に 3DXRD による結晶方位マッピングの結果を引張り軸方向の逆局点図マップで 3 次元で表示した図を示す。Fig. 5(a)が引張変形を加える前の初期組織である。右手前側に結晶粒径の小さな領域、左奥側に粗大な結晶粒の領域が見られる。Fig. 5(b)は 8.8%の引張変形を負荷した後の組織で、ほとんどの結晶粒の  $<111>$  方向は引張軸方向を向いていることがわかる。左最奥にみられる立方体方位に近い結晶粒は、引張変形後もほとんど方位変化していない。引張変形集合組織の発達は過去の X 線回折による報告<sup>19)</sup>と一致している。

X 線 CT で引張試験のその場観察を行い、鉛粒子の追跡によって得た材料の局所ひずみ分布を示した結果を Fig. 6 に示す。Fig. 6(a), (b) および (c) は、それぞれ、0.0%，4.8% および 8.8% の引張変形における相当ひずみの分布を示している。0.0% のひずみは、変形前の試料の設置位置を少し変えて 2 回 X 線 CT 撮像して、4.8% や 8.8% と同様に粒子追跡することで得た。試験片全体の変形状態を確認するために、Table 1 に各引張ひずみで得られたひずみマップから、各ひずみ成分の平均値を求めた結果を示す。初期状態である 0.0% の引張変形では、百分の

数 % のひずみが計測されている。これは X 線 CT の撮像系やデジタル画像解析時の誤差等に起因するもので、今回の概ねひずみ計測の精度に対応する。引張変形を受けると Fig. 6 で確認できるように、試験片内部は不均一に変形している。Fig. 5 の結晶方位マップと比較すると、結晶組織の影響を受けてひずみは分布しているようであるが、結晶粒単位で変形しているような様子ははつきりせず、結晶粒を横断するようにひずみは分布している。Table 1 に示した各ひずみ成分の平均値を見ると、 $x$  軸方向に比べ  $y$  軸方向の圧縮が大きい。また、 $xy$  せん断と  $zx$  せん断に比べ、 $yz$  せん断が大きく生じていることがわかる。今回の試験片の結晶粒は試験片に対して大きいので、試験片全体としてみても、おそらく、結晶方位の偏りの影響を受けて試験片が変形したと考えられる。なお、Table 1 の下の 2 行に示された各ひずみ成分は、試験片のマクロひずみの変化と内部のひずみが一様である条件 (Taylor モデル) で適用したひずみ増分である。0.0~4.8% および 4.8%~8.8% の各ひずみ成分の増加量を、それぞれ、4 (計算ステップの数) で割ることで求めている。

#### 4.2 シミュレーション結果

本研究のシミュレーション結果を Fig. 7 に逆極点図マップで示す。Fig. 7(a) および Fig. 7(b) は、Fig. 5(a) を初期組織として、それぞれ、局所ひずみを用いて計算した結果およびマクロひずみ変化と内部ひずみが一様で

あるとして計算した結果である。Fig. 5(b)の実際の変形組織と比較すると、両方のシミュレーション結果は、実際の組織に比べて{111}集積が弱い。Fig. 7(b)のマクロひずみ変化と内部ひずみ変化が同様であるシミュレーションに比べ、Fig. 7(a)の局所ひずみを用いてシミュレーションした結果は、Fig. 5(b)の実際組織と同様に、結晶粒内に微小方位差領域の存在を示すグラデーションのついた領域が見られる。これは周辺の結晶粒の影響よって結晶粒内に方位の異なる領域が発達する過程に対応するものである。Fig. 8に引張軸方向の逆極点図で、Fig. 5に示された実際の組織と、Fig. 7のシミュレーション組織の方位集積状態を示す。Fig. 8(a)およびFig. 8(b)は、それぞれ、実組織で引張り負荷前と8.8%引張り変形後のもの、そして、Fig. 8(c)およびFig. 8(d)は、局所ひずみを用いて計算した結果およびマクロひずみ変化と内部ひずみが一様であるとして計算した結果である。初期組織(Fig. 8(a))から、8.8%の引張変形を受けたFig. 8(b)では、逆極点図上で001と111を結ぶ直線上の点に向かって回転している。加えて、Fig. 8(a)と(b)の比較から、方位集積の最大値が低くなつたことおよび方位集積の範囲が広くなつていることが分かり、引張変形により結晶方位の分散が起こつていることが確認できる。これと対照的に、Fig. 8(d)のマクロひずみ変化と内部ひずみ変化が同様であるシミュレーション結果は、逆極点図の001と111を結ぶ直線上の点に向かう回転は実験と同様であるものの、集合組織の発達の様相については実験結

果と異なる傾向を示す。すなわち、Fig. 8 (d)では、Fig. 8(a)の初期組織に比べて逆極点図上の最大値の上昇が見られ、さらに、等高線が狭い範囲にまとまっていることから、集合組織が非常に先鋭化する結果となった。今回、初めて行った材料内部の局所ひずみを用いたシミュレーション結果のFig. 8(c)では、実験結果 (Fig. 8(b)) の逆極点図上の最大値がほぼ一致し、また晶方位の分散も生じており、概ね実験結果と類似した結果となった。3次元計測した局所ひずみと結晶方位情報を使用して、結晶塑性モデルに基づき変形集合組織予測を行うことで、実験結果と同様の結晶方位回転に加え、結晶方位が分散する過程が再現できた。

引張軸方向において、極点図上の最大値がほぼ一致したことから、それ以外の方向についても確認を行った。Fig. 9に方位集積の指標として、逆極点図上の最大値を求めて引張変形ひずみに対してプロットした図を示す。局所ひずみを用いたシミュレーション結果およびマクロひずみ変化と内部ひずみ変化が同様であるシミュレーション結果について、Fig. 8で示した逆極点図に対応する引張軸方向に加え、 $x$ 軸方向および $y$ 軸方向の結果が示してある。図中の黒丸は実験結果である。マクロひずみ変化と内部ひずみ変化が同様であるシミュレーションはピーク値が増加傾向であるが、局所ひずみを用いたシミュレーションでは明確に減少傾向であり、明確な違いがみられる。引張軸方向において局所ひずみを用いたシミュレーションと実験結果は一致している。しかしながら

がら， $x$ 軸方向および $y$ 軸方向では，実験結果は2種類のシミュレーション結果の間にあり，一致していない。実測の局所ひずみを用いて方位回転を計算すれば，かなり精度よく組織が再現できるものと期待していたが，今回，定量的な一致は得られなかった。定量的な一致が得られなかった理由としては，放射光実験で得ることができた局所ひずみ分布が，4.8%および8.8%引張のものに限られたため，0%～4.8%および4.8%～8.8%間のひずみ分布の発達は，線形に進んだものと仮定していることがあげられる。実際にはすべり系の働きの組合せによって加工硬化がそれぞれの場所で異なってくることなどによってひずみ分布の発達は線形には進まず，分布に変化が生じるものと推察できる。実験の引張段階を細かくとることによってひずみ分布を得て，より詳細な局所ひずみの時間発展を用いれば，すべり系のせん断ひずみがほぼ一定と見なせるような変形領域であれば，定量的にも実験結果とより一致するかも知れない。今回のシミュレーション結果の定量性は十分でなかったが，実測された局所ひずみ情報をシミュレーションに用いることで，不均一な局所ひずみが結晶方位の分散を引き起こし，変形集合組織の発達に影響することが明らかとなった。従って，局所ひずみが変形集合組織予測に非常に重要な要素であることが確認できた。今後，本研究で使われたような3次元観察で結晶粒組織の局所ひずみの発達傾向の解明が進めば，それをモデル化することも可能で，実際的な集合組織形成予測に繋がると考えられる。

## 5. 結 言

放射光の3次元計測技術を使って測定した局所ひずみの3次元分布と結晶方位の3次元分布を使用して、結晶塑性モデルに基づき変形集合組織予測を行った。実験結果と同様の結晶方位回転に加え、結晶方位が分散する過程が再現できた。不均一な局所ひずみが方位の分散を引き起こし、変形集合組織の発達に影響する。実験で得られた実際の局所ひずみでもって、局所ひずみが変形集合組織予測に非常に重要な要素であることが示された。

## 謝 辞

ESRFのID11で試料の3DXRD測定を助力いただいたH. F. Poulsen博士、J. Wright博士、S. Schmidt博士に感謝する。CT実験はSPring-8の課題(2008A1498, 2009A1554, 2011B1116, 2012A1205, 2012B1013, 2013A1181, 2013B1027)に関するものである。科研費基盤(S): 24226015、軽金属奨学会助成金のサポートを記して感謝する。

## 参 考 文 献

- 1) R. J. Asaro : Journal of applied mechanics, 50(1983), 921-934.
- 2) G. Sachs : Zur Ableitung einer Fließbedingung. Z. Verein dt. Ing., 72, (1928), 734-736.
- 3) G. I. Taylor : J. Inst. Metals, 62 (1938) 307-324.

4) J. Hamada, K. Agata and H. Inoue : Mater. Trans., 50 (2009), 752-758.

5) 関根和喜 : 日本金属学会誌, Vol. 61, No. 7 (1997), 561-566.

6) A. Weck, D.S. Wilkinson, E. Maire, H. Toda : Acta Materialia, 56, (2008), 2919-2928.

7) H. Toda, H. Oogo, K. Uesugi, M. Kobayashi : Materials Transaction, 50, (2009), 2285-2290.

8) 大語英之, 戸田裕之, 上杉健太朗, 鈴木芳生, 小林正和: 軽金属, 60, (2010), 409-410.

9) H. Toda, H. Oogo, K. Horikawa, K. Uesugi, A. Takeuchi, Y. Suzuki, M. Nakazawa, Y. Aoki, M. Kobayashi: Metallurgical and Materials Transactions A, 45, (2014) 765-776.

10) H. Toda, I. Sinclair, J.Y. Buffiere, E. Maire, K. H. Khor, P. Gregson and T. Kobayashi: Acta Materialia, 52,(2004), 1305-1317.

11) H. Toda, S. Yamamoto, M. Kobayashi and K. Uesugi: Acta Materialia, 56,(2008), 6027-6039.

12) H. Toda, S. Masuda, R. Batres, M. Kobayashi, S. Aoyama, M. Onodera, R. Furusawa, K. Uesugi, A. Takeuchi, Y. Suzuki: Acta Materialia, 59,(2011), 4990-4998.

13) H. Toda, E. Maire, S. Yamauchi, H. Tsuruta, T. Hiramatsu, M. Kobayashi : Acta Materialia, 59,(2011) 1995-2008.

14) M. Kobayashi, H. Toda, Y. Kawai, T. Ohgaki, K. Uesugi, D.S. Wilkinson, T. Kobayashi, Y. Aoki, M. Nakazawa : *Acta Materialia*, 56(2008), 2167-2181.

15) H. F. Poulsen : *Three-Dimensional X-Ray Diffraction Microscopy*, (Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2004)

16) F. Roters, P. Eisenlohr, T. R. Bieler, D. Raabe, *Crystal Plasticity Finite Element Methods in Materials Science and Engineering*, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co.KGaA, Weinheim, 2010

17) S. Schmidt, U.L. Olsen, H.F. Poulsen, H.O. Sørensen, E.M. Lauridsen, L. Margulies, C. Maurice, D. Juul Jensen : *Scripta Materialia*, 59, 2008, 491-494.

18) A. C. Kak and M. Slaney: *Soc. Ind. Appl. Math*, 2001.

19) H.F. Poulsen, L. Margulies, S. Schmidt, G. Winther : *Acta Materialia* 51 (2003) 3821-3830.

Fig. 1 Geometry of the specimen for synchrotron radiation experiment.

Fig. 2 Load-displacement curve for the in-situ tensile test, in which CT and 3DXRD scans were performed at 4.8% and 8.8% tensile strains. The curve of SR experiment was obtained in SPring-8. Reference data means tensile curve of same alloy that was obtained in advance.

Fig. 3 Schematic illustration of experimental setup for the 3D X-Ray Diffraction (3DXRD) at ID11 in ESRF.

Fig. 4 Schematic illustration of experimental setup for the X-ray tomography at BL20XU in SPring-8.

Fig. 5 Three-dimensional IPF map [TA] in the experimental results; (a) before loading (0.0%), (b) after 8.8% tensile deformation.

Fig. 6 Three-dimensional strain distribution; (a) before loading (0.0%), (b) after 4.8% tensile deformation and (c) after 8.8% tensile deformation.

Table 1 Strain components of averaged local strain.

Fig. 7 Three-dimensional IPF Map [TA] at 8.8% tensile deformation in simulations; (a) Local strain applied model and (b) homogeneous strain applied model.

Fig. 9 Changes in peak value of intensity in inverse pole figure about 100 (x-axis), 010 (y-axis) and 001 (tensile axis (z-axis)).