

種々の温度における超微細粒ニッケルの引張試験中その場 XRD 測定 Stress Relaxation Test of Ultrafine Grained Nickel at Various Temperatures

宮嶋 陽司^a, 小ヶ倉 勇樹^a, 林 邦夫^{a,b}, 宮澤 知孝^a, 足立 大樹^c
Yoji Miyajima^a, Yuki Kogakura^a, Kunio Hayashi^{a,b}, Tomotaka Miyazawa^a, Hiroki Adachi^c

^a東京工業大学, ^b新日鐵住金(株), ^c兵庫県立大学
^aTokyo Institute of Technology, ^bNippon Steel & Sumitomo Metal, ^cUniversity of Hyogo

超電導材料用の基板として用いられている多結晶ニッケルの超微細粒を作製し、その変形機構の解明のために、引張試験中の組織変化をその場 XRD 測定を用いて調査した。その結果、変形初期の弾性変形中に、ピークシフトだけではなく半値幅の変化も観察された。半値幅の増加は一般に転位密度の増加と対応している。粗大粒では弾性変形中には転位密度は増加しないため、今回明らかになった弾性変形中の半値幅の変化は、超微細粒特有の現象だと考えられ、変形機構を明らかにする上で極めて重要なデータとなると考えられる。

キーワード： その場 XRD 測定, バルクナノメタル, 超微細粒, ニッケル, 引張試験, 力学特性

背景と研究目的：

超電導材料用の基板として用いられている多結晶ニッケルの結晶粒を 1 μm 以下まで超微細化した超微細粒 Ni (Ultrafine grained Ni: UFG-Ni) の作製は、近年発明された巨大ひずみ加工と呼ばれる通常与えることのできない大量の塑性ひずみを金属材料に与えることが可能な手法[1]によって達成される。結晶粒超微細化の結果 UFG は高強度となるため、合金化を通じた金属の強化の代替法となることを期待されている。特に、合金化によって金属の高強度化を進める場合は固溶原子によって導電性の低下を招くため、超電導材料用の基板の開発に対する応用が検討されている。しかしながら、超微細粒材は未だその変形機構が解明されておらず、変形中の組織変化の調査は喫緊の課題であった。今回の研究においては、UFG-Ni に対して引張変形中その場 XRD 測定を行うことで、変形中の組織変化挙動を明らかにし、その変形機構の解明に資することを目的とした。

実験：

巨大ひずみ加工の一種である Accumulative roll bonding (ARB) 法を用いて、平均粒界間隔が約 200 nm の UFG-Ni を作製した。これらの結晶粒界は電子線後方散乱を用いて測定し、平均方位差 2° 以上を粒界とした。この試料から放電加工機を用いて、平行部長さ 20 mm, 幅 3 mm, 厚さ 0.3 mm の引張試験片を切り出し、BL46XU のゴニオメータ上に設置した小型引張試験機に取り付けた。

図 1 に引張試験中その場 X 線回折実験の模式図を示す。UFG-Ni の結晶粒径はサブミクロンであるため X 線回折を行うとデバイシェラーリングが発生するが、検出装置に 1 次元半導体検出器である Mynthen を利用して各回折ピークを測定した。本実験においては透過法を用いており、Mynthen は引張方向とビーム入射方向を含む平面内に設置した。アンジュレーターを備える BL46XU において Mynthen を用いることで、時間分解能 1s にて時間変化に伴う回折強度の変化を

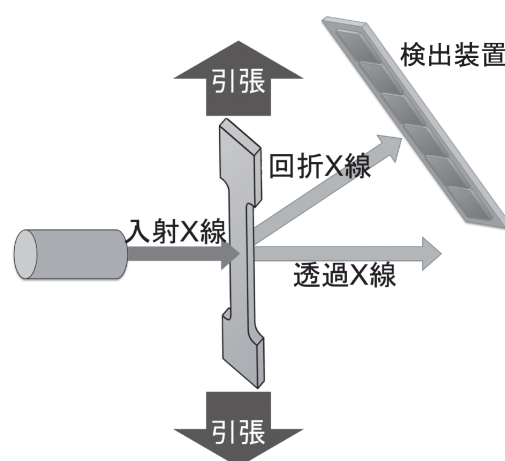


図 1 実験の模式図

記録した。なお、引張試験のひずみ速度は $8.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ である。入射光のエネルギーは 30 keV とし、観察された (111), (200), (220), (311), (222) 面の回折ピーク角度と半値幅 (FWHM : Full Width-Half Maximum) の時間変化を調査した。

結果および考察：

図2と図3にUFG-Niの引張試験中のピーク位置と半値幅の時間変化を示す。 $t = 10\text{s}$ において引張を開始し、 $t = 500\text{s}$ 付近において最大引張強度を迎えている。最大引張強度を迎えた直後に、荷重が0となるようにクロスヘッドを移動させ、除荷している。図2で示しているピーク位置の低角側へのシフトは、引張変形に伴い引張方向の格子間隔が増加していることを示している。図3に示すFWHMの変化は、材料中の転位密度の変化に対応していると考えられる。図2に示されるピークシフトは $t = 450\text{s}$ 付近において終わっており、この付近で弾性域から塑性域に遷移していると考えられる。しかしながら、FWHMの増加は $t = 350\text{s}$ 付近で始まっている。

通常粒径材においては、塑性域に入ると共に転位密度が増加するとされているが、UFG-Niの挙動は全く異なっており、本実験データはUFG-Niの変形機構に深く関わる重要な情報だと考えられる。

最大引張強度を迎えた後に直ちに除荷すると、ピークシフトだけではなくFWHMも一気に減少している。ただし、FWHMは除荷にともなう減少後も引張開始前の値に戻らない。そのため、UFG-NiをはじめとするUFG材においてXRDを用いて内部組織を解析する場合は、応力印加時の内部組織を測定する必要であり、In-Situ測定が必須であることが強く示唆される。

また、除荷後に数十秒オーダーの時間をかけてFWHMが変化し続けている。UFG材の変形機構として大量に導入されている粒界から転位が張り出すモデル[2]が提案されているが、これは粒界から張り出した転位が粒界へ再び戻っていく過程を捉えている可能性がある。

今後の課題：

今後は、弾性異方性を考慮に入れたWilliamson-Hall法等を適用することで、組織内の転位密度の時間変化の導出等を行い、UFG-Niの変形機構の解明を進める必要がある。

参考文献：

- [1] A. Azushima et. al, *CIRP Ann. Manuf. Technol.* **57**, 716 (2008).
 [2] M. Kato, et. al, *Mater. Trans.* **49**, 1278 (2008).

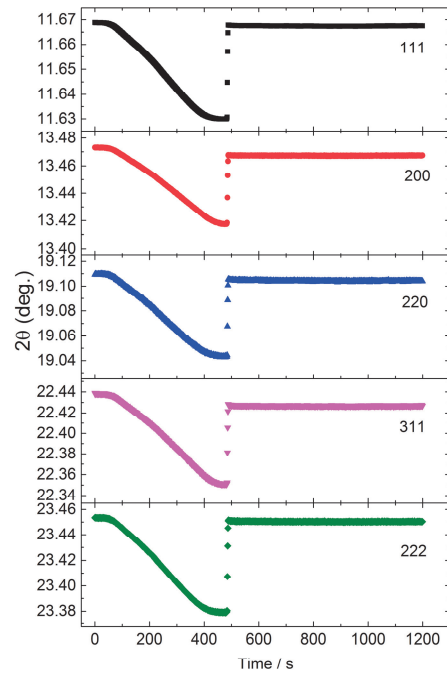


図2 回折ピーク位置の時間変化

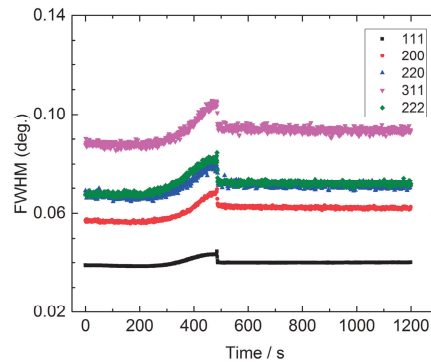


図3 半値幅の時間変化