

繰返し塑性により誘起される転位組織の定量化

北海道大学 ○眞山 剛

北海道大学[院] 中田光洋

北海道大学 佐々木克彦

北海道大学 成田吉弘

Quantification of Dislocation Structures Induced by Cyclic Plasticity

Tsuyoshi MAYAMA, Katsuhiko SASAKI, Mitsuhiro NAKATA, and Yoshihiro NARITA

1 緒 言

非弾性変形により誘起される材料内部組織変化は、後続変形に著しい影響を及ぼす。例えば、繰返し強変形を与えることで結晶粒が超微細化されると、材料の強度や延性が大きく変化することが知られており、工業的にも注目されている。しかしながら、非弾性変形に伴う材料内部組織発展は定性的・定量的に十分把握されておらず、任意の特性を理論的に制御するには至っていない。

そこで本研究では、オーステナイト系ステンレス鋼の繰返し塑性に関する実験と電子顕微鏡観察を行った。また、得られた転位組織像を画像処理により定量化する手法を開発し、巨視的な実験結果と転位組織発展の対応について定性的・定量的に検討した。

2 実験結果

2.1 試験片および実験装置 実験はオーステナイト系ステンレス鋼SUS316L材を用いて行った。試験片は外径23mm、内径20mm、評点間距離50mmの中空円筒試験片を用い、試験機は引張・圧縮ねじり疲労試験機、ひずみの測定にはひずみゲージを用いた。また、転位組織観察は透過型電子顕微鏡（TEM）により行った。

2.2 引張り・圧縮繰返し負荷試験 Fig.1中の○, □, ◇印はそれぞれひずみ速度0.01%/secにおけるひずみ振幅0.25, 0.75, 1.0%での一定ひずみ振幅引張り・圧縮繰返し負荷試験の最大応力と繰返し回数の関係を示している。繰返し負荷による最大応力の硬化・軟化は、ひずみ振幅に依存して異なる傾向を示している。すなわち、ひずみ振幅0.25%では、わずかな繰返し硬化後、繰返し軟化を示している。また、ひずみ振幅0.75%では、0.25%よりも大きな繰返し硬化後、ほぼ一定の最大応力となっている。さらに、ひずみ振幅1.0%では初期に著しい繰返し硬化を示した後、一定速度で繰返し硬化し続けている。

2.3 転位組織観察 Fig.2(a)は繰返し負荷を与える前の初期材、Fig.2(b)-(d)は、それぞれひずみ振幅0.25, 0.75, 1.0%で100サイクルの繰返し負荷を与えた後にTEMを用いて観察した転位組織像である。大域的な転位構造を比較するため、複数結晶粒におよぶ観察範囲としている。干渉縞により観察範囲内でも転位観察が困難な部分が見られるが、Fig.2(a)-(d)より、概してひずみ振幅が大きくなるにつれて転位組織が明確に表れている。また、隣接する結晶粒内および結晶粒間の転位組織が比較的一様である。したがって、本研究で行った繰返し負荷100サイクル後という条件下では、転位組織の不均質性が十分小さいとみなすことができ、代表的な転位構造を定量的に比較することが有効であると考えられる。

Fig.3(a)-(f)は繰返し負荷100サイクル後の転位組織から、各ひずみ振幅で代表的な転位構造を2箇所ずつ示している。ひずみ振幅0.25%では転位の集積は見られるが、セル構造形成には至っていない。また、ひずみ振幅0.75%

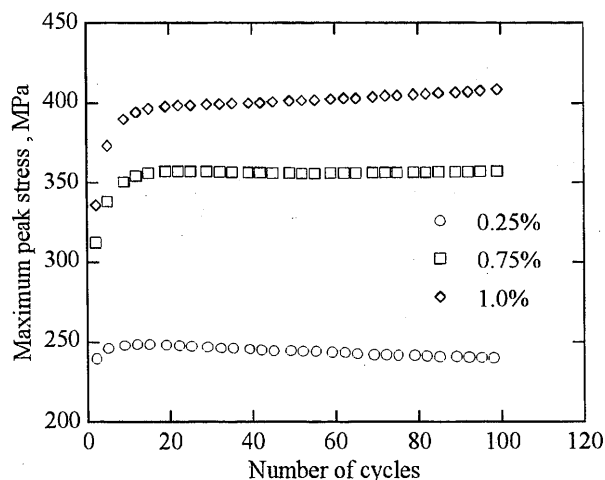
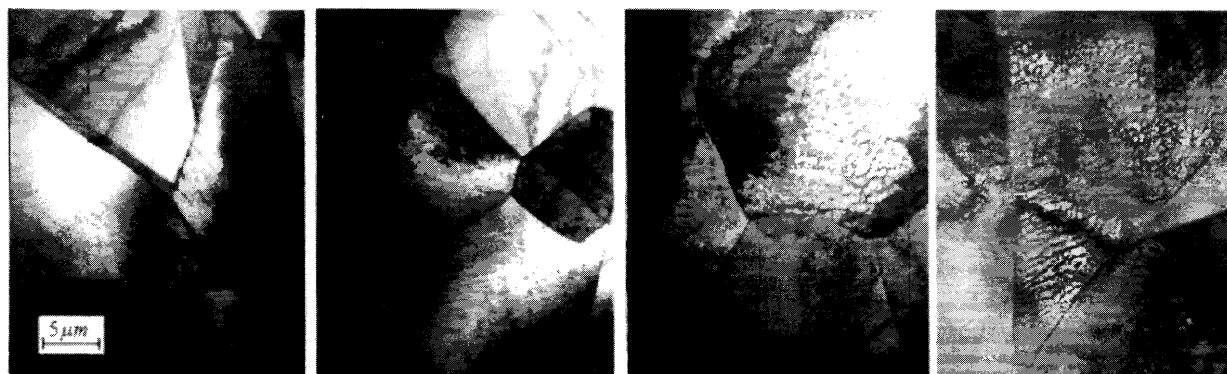


Fig.1 Maximum peak stress versus number of cycles



(a) Initial state

(b) Strain amplitude = 0.25%

(c) Strain amplitude = 0.75%

(d) Strain amplitude = 1.0%

Fig.2 TEM images of dislocation structures

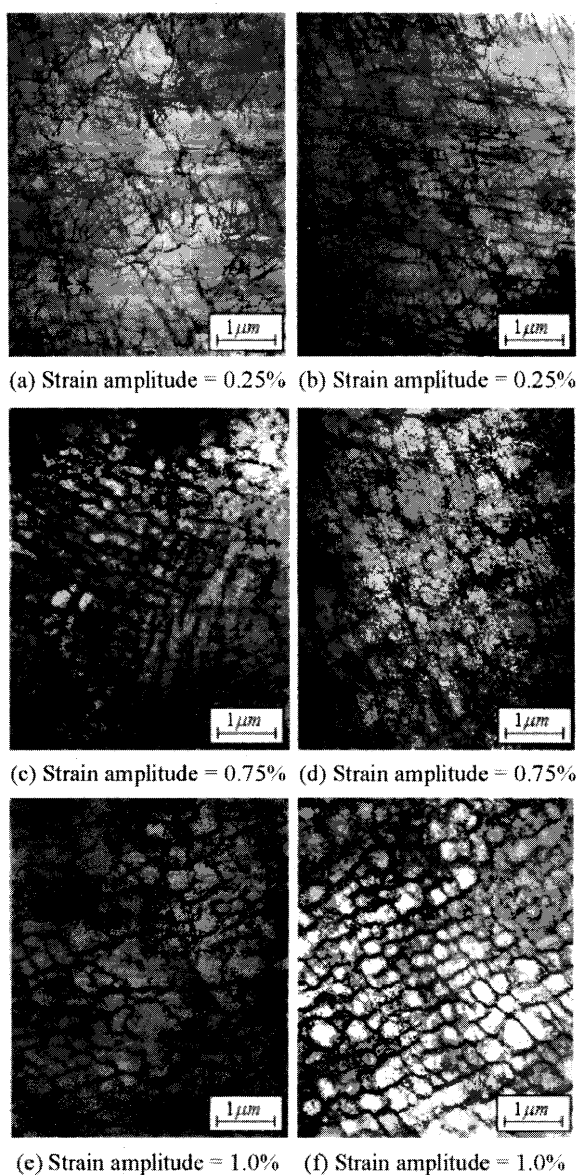


Fig.3 TEM images of dislocation structures

では、Fig.3(c)にはセル組織が観察されるが、Fig.3(d)には明確なセル組織を確認できないように、観察部位毎に多少のばらつきが存在する。さらに、ひずみ振幅1.0%ではFig.3(e),(f)に示すように、明確なセル組織が形成され、観察部位毎のばらつきも小さくなっている。以上の観察結果は、繰返し硬化挙動が様なセル組織形成と関連していることを定性的に示している。

3 転位組織の定量的評価

本研究では、繰返し塑性により誘起された転位組織像を定量的に評価するため、以下の手法を用いた。

(1) **TEM像の白黒2値化** 観察像の明るさによる影響を除去するために、グレースケールでデジタル化したTEM像を、各ピクセルの周囲50×50ピクセルの平均グレースケールを閾値として白黒判定を行うことにより白黒画像とする。

(2) **モザイク処理** 白黒画像内の単位ピクセルを、その中に含まれるピクセル数が多い色で塗りつぶす。上記手法を適用した一例をFig.4に示す。Fig.4(a),(b)に示

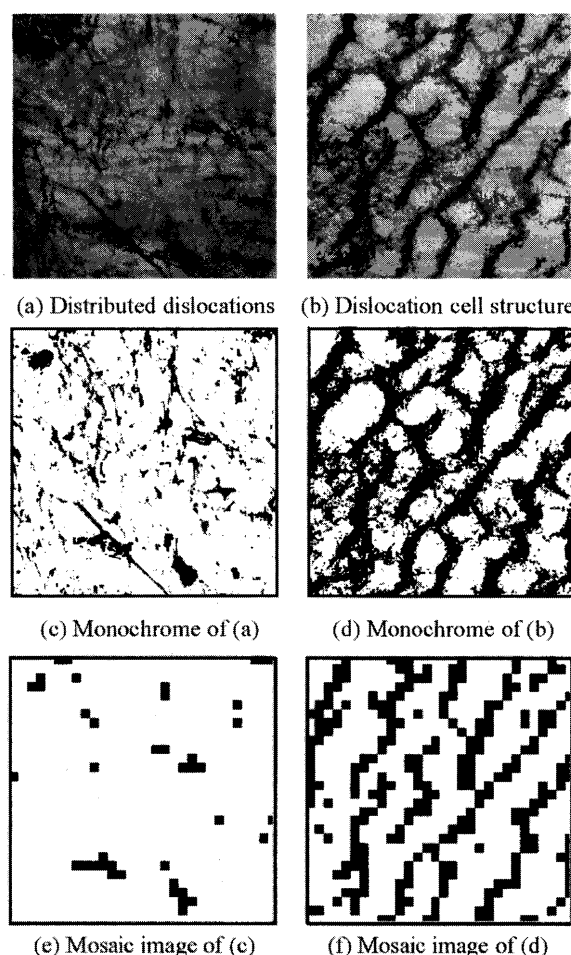


Fig.4 Schematics of image analysis

Table 1 Average fraction of black pixels in the processed dislocation structure images after cyclic loading

Unit area	Strain amplitude		
	0.25 [%]	0.75 [%]	1.0 [%]
1×1 [pixel × pixel]	25.39	46.07	44.52
4×4 [pixel × pixel]	18.57	42.09	42.44
20×20 [pixel × pixel]	8.985	43.10	45.36

した異なる転位組織は白黒2値化によりFig.4(c),(d)となり、さらに10×10ピクセルの単位ピクセルでモザイク化することによりFig.4(e),(f)が得られる。モザイク化を施すことにより比較的ランダムに分散した転位は消滅し、セル構造のように組織化した転位はその特徴を残すことがわかる。

Table1はFig.1-3に示した繰返し負荷後の試料を画像処理することにより得られるモザイク画像中の黒ピクセル数の割合を示している。画像処理結果は各負荷条件毎に無作為に選択した4箇所の転位組織像から得られる平均値とした。Table1より、ひずみ振幅0.25%の繰返し負荷後の転位組織はモザイク化単位に強く依存して黒ピクセル比が変化するのに対して、ひずみ振幅0.75, 1.0%では変化が小さい。これは、Fig.4に示したようにセル組織化の程度と強く関連しており、本手法が転位組織の評価に有用である可能性を示唆している。