転位速度-応力指数および転位速度係数を用いた転位速度の塑性ひずみ依存性の解明

上野孝太^{1,*1} 村澤皓大^{1,*2} 鈴木優里菜^{1,*3} 高村正人^{1,2} 浜孝之³
箱山智之⁴ 鈴木進補^{1,5,*4}

¹早稲田大学基幹理工学研究科

²理化学研究所光子工学研究センター

³京都大学大学院エネルギー科学研究科

⁴東海国立大学機構岐阜大学工学部機械工学科

⁵早稲田大学各務記念材料技術研究所

J. Japan Inst. Met. Mater. Vol. 84, No. 10 (2020), pp. 326–333

© 2020 The Japan Institute of Metals and Materials

Investigation on the Plastic Strain Dependence of Dislocation Velocity Using Dislocation Velocity–Stress Exponent and Dislocation Velocity Coefficient

Kota Ueno^{1,*1}, Kodai Murasawa^{1,*2}, Yurina Suzuki^{1,*3}, Masato Takamura^{1,2}, Takayuki Hama³,
Tomoyuki Hakoyama⁴ and Shinsuke Suzuki^{1,5,*4}

¹School of Fundamental Science and Engineering, Waseda University, Tokyo 169–8555

²RIKEN Center for Advanced Photonics, Wako 351–0198

³Graduate School of Energy Science, Kyoto University, Kyoto 606–8501

⁴Department of Mechanical Engineering, Gifu University, Tokai National Higher Education and Research System, Gifu 501–1193

⁵Kagami Memorial Research Institute for Materials Science and Technology, Waseda University, Tokyo 169–0051

To investigate the plastic strain dependence of dislocation velocity, stress relaxation tests with various plastic strains were performed using 590-MPa grade ferrite–bainite steel at room temperature. The amount of the stress drop at both 1.00 s and 6.00×10^1 s after the beginning of strain holding increased with the increase of plastic strain. Also, the values of dislocation velocity–stress exponent and dislocation velocity coefficient on various plastic strain were obtained to discuss the plastic strain dependence of dislocation velocity. Although it was reported that the dislocation velocity v in elastic and considerably small plastic region increased with flow stress σ (or effective stress σ_e) and also followed the empirical equation $v = B'\sigma^{m^*}$ (or $v = B\sigma_e^{m^*}$), with constant value of dislocation velocity–stress exponent m^* and dislocation velocity coefficient B' (or B), we found that the m^* decreased and B increased with the increase of flow stress and plastic strain. Taking the plastic strain dependence of m^* and B into account, the dislocation velocity was independent of plastic strain. Furthermore, mobile dislocation density, which was estimated from the value of athermal stress obtained from the stress relaxation test, increased as plastic strain increased. [doi:10.2320/jinstmet.J2020026]

(Received June 12, 2020; Accepted July 31, 2020; Published September 18, 2020)

Keywords: dislocation velocity, dislocation velocity–stress exponent, dislocation velocity coefficient, mobile dislocation density, stress relaxation

1. 緒言

近年、サーボプレス機の開発によって複雑なプレスモーションが可能となった。これにより、プレス加工中にひずみを一定に保つと応力が時間とともに低下する現象などを用いた、ストップモーション成形¹⁾が行われるようになった。し

かし、プレス加工中の材料変形過程の時間依存性は十分解明されておらず、連続体近似のFEM²⁾による高精度な変形挙動予測は実現していない。塑性変形を素過程からモデル化した結晶塑性構成式を用いることで、転位運動の正確なモデル化による時間依存変形の高精度化が期待されるが、実現には至っていないのが現状である³⁾。本研究グループでは転位密度の時間依存性を中性子回折による測定を行うことで明らかにしてきた⁴⁾が、転位速度についての検討は未だなされていない。

Johnston および Gilman ら⁵⁾は、イオン単結晶においてエッチピット法により測定した(平均)転位速度 v と流動応力 σ を両対数で整理したところ、応力の増加に伴い転位速度が線形的に増加することを明らかにした。その後の研究によっ

*1 早稲田大学大学院生 (Graduate Student, Waseda University)

*2 早稲田大学大学院生、現在：日本製鉄(株) (Graduate Student, Waseda University, Present address: Nippon Steel Corp.)

*3 早稲田大学大学院生、現在：(株)SUBARU (Graduate Student, Waseda University, Present address: SUBARU Corp.)

*4 Corresponding author, E-mail: suzuki-s@waseda.jp

て、この転位速度と応力の関係はイオン結晶のみならず、bcc⁶⁻¹⁰⁾、fcc¹¹⁻¹⁴⁾、hcp^{15,16)}といった様々な金属単結晶においても成り立つことが明らかにされ、以下の経験式が提案された。

$$v = B' \sigma^{m^*} \quad (1)$$

ここで、 m^* は転位速度-応力指数(dislocation velocity-stress exponent)、 B' は転位速度係数であり、それぞれ v - σ 両対数線図において傾きおよび切片($\log(B')$)である。さらに、転位速度を有効応力 σ_e について整理した以下の式も広く用いられる¹⁷⁻¹⁹⁾ ようになった。

$$v = B \sigma_e^{m^*} = B(\sigma - \sigma_a)^{m^*} \quad (2)$$

ここで、 σ_a は非熱的応力である。先述の転位速度と応力の関係より、 m^* 、 B および B' は応力・ひずみに依らない定数であるとされている。多結晶体では Moon ら²⁰⁾ によって Fe-3%Si を用いた研究がなされており、結晶の弾性異方性の影響に起因する²⁰⁾ 転位速度のばらつきがあるものの、 m^* 、 B および B' は応力またはひずみに依らない定数であることが明らかにされている。しかし、Moon らによる研究は降伏点近傍までの応力範囲、つまり非常に小さな塑性ひずみまでを対象にしているため、転位速度の塑性ひずみ依存性は十分明らかにされていない。

一方で、エッチピット法に際して、腐食液や合金元素を最適化させることが困難である^{10,21)} ことから、この手法による転位速度の実測は限られた合金および条件に限られていた。その中で、Gupta および Li ら¹⁸⁾ によって応力緩和現象を用い m^* を取得する、応力緩和法が提案された。応力緩和法は試験片に所定の保持塑性ひずみまで引張または圧縮負荷を与えた直後にひずみを一定に保持し、保持開始からの経過時間(応力緩和時間 t) に対する応力 σ の変化を測定する方法である。なお、応力緩和法から得られた知見については“保持塑性ひずみ”、それ以外の研究から得られた知見については“塑性ひずみ”を用いる。彼らは応力緩和中の転位運動に着目することで、流動応力と応力緩和時間 t の関係を表す Gupta and Li (GL) モデルを導いた。

$$\sigma = \sigma_a + \{k(m^* - 1)(t + a)\}^{1/(1-m^*)} \quad (3)$$

$$k = \phi b B \rho_m E^*$$

ここで、 k は GL 係数、 a は積分定数、 ϕ はシュミット因子、 b はパーガースベクトルの大きさ、 ρ_m は運動転位密度、 E^* は試験機系の弾性定数である。式(3)と実際の応力の時間変化は良好に一致している²²⁻²⁴⁾ ことから、GL モデルは応力緩和現象を良く表現できる式であると言える。式(3)を時間微分し、両対数で整理すると以下の関係を得る。

$$\log(-\dot{\sigma}) = \frac{m^*}{1-m^*} \cdot \log(t+a) + K \quad (4)$$

ここで、 $(-\dot{\sigma})$ は応力緩和速度、 $(t+a)$ は修正応力緩和時間、 K は定数である。式(4)は $(-\dot{\sigma})$ - $(t+a)$ 両対数線図の傾きから、 m^* を取得できることを表している。

Hariharan ら²⁴⁾ による応力緩和に関する報告によって、保持塑性ひずみがおよそ 0.03 から 0.25 まで増加すると、式(3)における k 値が 10^7 倍増加することが示された。仮に B が保持塑性ひずみに依存しない定数であるとする、 k 値のオーダー変化はすべて ρ_m の増加が担っていることになる。

しかし、全転位密度は 10^4 倍も増加しない²⁵⁾ にも関わらず運動転位密度の 10^7 倍の増加は考え難く、 B もこのオーダー変化を担っていること、つまり B が保持塑性ひずみに依存する変数である可能性があるが、いまだで応力緩和法による B の保持塑性ひずみ依存性の取得はなされていない。

一方、応力緩和法による m^* の取得は数多くなされてきた^{21,22,24,26,27)} が、 m^* の保持塑性ひずみ依存性について言及した研究は無い。仮に m^* も B と同様に保持塑性ひずみ依存性を持つとすれば、式(1)に示すような転位速度の指数関数的な増加とは異なる保持塑性ひずみ依存性を示すことが考えられる。しかし、いまだで m^* および B を用いた転位速度の取得はなされておらず、転位速度の保持塑性ひずみ依存性については依然として明らかにされていない。

したがって本研究では、転位速度の保持塑性ひずみ依存性を明らかにすることを目的として、さまざまな保持塑性ひずみにおける応力緩和試験を行い、まず転位速度-応力指数 m^* および転位速度係数 B を取得した。その後、それらを用いて転位速度の保持塑性ひずみ依存性を定量的に明らかにした。

2. 実験方法

2.1 供試材および引張試験片

本研究は先述のように塑性加工への応用を目標としていることから、工業的に広く用いられている 590 MPa 級フェライト-ベイナイト熱延鋼板(板厚 3.2 mm)を供試材として用いた。なお、主要合金添加元素量は 0.08C-0.7Si-1.2Mn mass% である。単純引張試験および応力緩和試験に用いた引張試験片形状を Fig. 1 に示す。試験片は引張方向と圧延方向が一致するように、供試材切板から切り出した。

2.2 初期内部組織観察

初期内部組織は、供試材を鏡面研磨後、3%ナイトールでエッチングし、光学顕微鏡および 3D 顕微鏡を用いて観察を行った。

ベイナイト分率 f_B は 3D 顕微鏡写真((株)キーエンス VHX-5000)を用い、面積が $3.27 \times 10^4 \mu\text{m}^2$ の長方形の領域に占めるベイナイトの面積率を測定することによって算出した。なお、ベイナイトの面積の測定は画像解析ソフト(三谷

Fig. 1 Specimen used for the tensile test and stress relaxation tests. Thickness = 3.2 mm. Unit: mm.

商事(株)WinROOF)を用いて行い、黒く腐食された領域のうち細く腐食された領域をフェライトの粒界、塊状に腐食された領域をベイナイトとして識別した。

平均フェライト粒径 d (ただし、ベイニティックフェライトは除く) は係数法を参考に、以下の式より算出した。

$$d = \left\{ \left(\frac{g^2}{A \times (1 - f_B)} \right) n_g \right\}^{-1/2} \quad (5)$$

ここで、 g は顕微鏡倍率、 A は試験円面積であり、それぞれ $g = 1.61 \times 10^3$ 、 $A = 2.21 \times 10^4 \text{ mm}^2$ とした。また、 n_g は相当結晶粒数であり、試験円内に完全に入っている結晶粒数 n_1 、試験円と交差した結晶粒数 n_2 を用いて

$$n_g = n_1 + \frac{n_2}{2} \quad (6)$$

で表される。なお、粒径算出に用いた顕微鏡写真は光学顕微鏡((株)ニコン)より取得した。

2.3 単純引張試験方法および応力緩和試験方法

単純引張試験および応力緩和試験を万能試験機((株)島津製作所 AUTOGRAPH AG-IS 100 kN)を用いて、室温で行った。単純引張試験では、クロスヘッド変位速度 $0.1 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ (ひずみ速度 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) で、公称ひずみ $e = 1.00 \times 10^{-1}$ まで試験片に引張負荷を与えた。

応力緩和試験では、引張試験と同様のクロスヘッド変位速度でそれぞれ保持公称ひずみ $e_H = 3.00 \times 10^{-2}$ 、 $e_H = 5.00 \times 10^{-2}$ 、 $e_H = 8.00 \times 10^{-2}$ まで試験片に引張負荷を与え、直後にひずみを $6.00 \times 10^1 \text{ s}$ 間一定に保持した。ここで、添え字 H はひずみを一定に保持(Holding)したことを表す。本研究では万能試験機のクロスヘッド位置を固定することでひずみを一定に保持した。なお、応力緩和試験は各保持ひずみについてそれぞれ 1 回行った。

試験中の荷重はクロスヘッド上部に取り付けたロードセル((株)島津製作所 SLFL 100 kN)を、公称ひずみは試験片中央に貼り付けたひずみゲージ(共和電子(株)KFEM-5-120-CIL3M2R)を用いて測定し、どちらもサンプリング周波数を 20 Hz とした。なお、ひずみゲージで測定した公称ひずみは動ひずみ測定器(共和電子(株)DPM-911B)を介し測定データを記録した。以降の評価には荷重より求めた真応力 σ 、公称ひずみより求めた真ひずみ ε を用いる。

また、ロードセルから取得する荷重データに含まれる機械的および電気的なノイズを除くため、応力緩和試験から取得した真応力-応力緩和時間線図に対し、隣接平均法を用いて平滑化を行った。

3. 結 果

3.1 組織観察

Fig. 2 に光学顕微鏡を用いて取得した初期組織写真を示す。Fig. 2 において、腐食されていない領域がフェライト、細く腐食されている領域がフェライト粒界、腐食された塊状の領域がベイナイトである。なお、ベイナイト分率は $f_B = 1.32 \times 10^{-1}$ であった。次に、平均フェライト粒径を算出した。光学顕微鏡写真の観察から n_1 および n_2 を取得するとそ

れぞれ 173、46 となり式(5)および式(6)を用いると、 $d = 7.08 \mu\text{m}$ であった。

3.2 単純引張試験および応力緩和試験結果

Fig. 3 に単純引張試験より取得した真応力-真ひずみ線図を示す。Fig. 3 における実線は 0.05 s 間隔で測定したデータを結んだ線である。Fig. 3 において、 $\varepsilon = 2.00 \times 10^{-3}$ までの傾きをヤング率として求めた結果、 $E = 188 \text{ GPa}$ であった。

Fig. 2 Optical Micrograph of the specimen.

Fig. 3 Stress-strain curve of the specimen with a strain rate of $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

Fig. 4 Stress relaxation curves of the specimen on various holding plastic strains. R^2 represents coefficient of determination.

Fig. 4 に真応力-応力緩和時間線図を示す. なお, 応力緩和時間 t はひずみ保持を開始した時間を $t = 0.00$ s とした. ε_{Hp} は保持塑性ひずみを表し, 以下の式より求めた.

$$\varepsilon_{Hp} = \varepsilon - \frac{\sigma_{t=0}}{E} \quad (7)$$

ここで, $\sigma_{t=0}$ は $t = 0.00$ s における真応力(保持開始応力)である. $\sigma_{t=0}$ は保持塑性ひずみ増加に伴い増加した(Fig. 4). また, 応力緩和挙動の特徴を表す指標として, $t = 1.00$ s および $t = 6.00 \times 10^1$ s における応力低下量をそれぞれ $\Delta\sigma_{t=1}(=\sigma_{t=0} - \sigma_{t=1})$, $\Delta\sigma_{t=60}(=\sigma_{t=0} - \sigma_{t=60})$ として定義した. ここで, $\sigma_{t=1}$ および $\sigma_{t=60}$ はそれぞれ $t = 1.00$ s, $t = 6.00 \times 10^1$ s における真応力である. 保持塑性ひずみと $\Delta\sigma_{t=1}$ と $\Delta\sigma_{t=60}$ の関係を Fig. 5 に示す. Fig. 5 より保持塑性ひずみ増加に伴い, $\Delta\sigma_1$ および $\Delta\sigma_{60}$ の値が増加していることがわかる. これより, 応力緩和の初期($t = 1.00$ s)または後期($t = 6.00 \times 10^1$ s)に関わらず, 保持塑性ひずみ増加に伴いより顕著な応力緩和が起こったと言える.

Fig. 5 The values of stress drop at $t = 1.00$ s and $t = 6.00 \times 10^1$ s on various holding plastic strains. $\Delta\sigma_{t=1}$ and $\Delta\sigma_{t=60}$ represent the amount of stress drop at $t = 1.00$ s and $t = 6.00 \times 10^1$ s, respectively.

3.3 転位速度-応力指数 m^* の取得

式(4)に示した左辺第1項の係数, つまり $(-\dot{\sigma})$ と $(t+a)$ 両対数線図の傾きを S とすると, 式(4)は改めて,

$$\log(-\dot{\sigma}) = S \cdot \log(t+a) + K \quad (8)$$

となる. ただし,

$$m^* = \frac{S}{S+1} \quad (9)$$

である. まず $(-\dot{\sigma})$ -($t+a$) 両対数線図を作成するために, a の値を決定した. Ohgaku ら²⁶⁾が提案した決定方法を用いて $(-\dot{\sigma})$ -(t) 両対数線図において線形性が失われた時間を a とした. 本研究においては, Fig. 6 に示すように線形性が失われる時間の近傍で a を変化させ, 各 a についての $(-\dot{\sigma})$ -($t+a$) 両対数線図に対し線形近似を行い, 決定係数 R^2 が最大となる時間を a とした. その結果, $\varepsilon_{Hp} = 2.68 \times 10^{-2}$ では $a = 4.25 \times 10^{-1}$ s と決定し, Fig. 7 に示すように $(-\dot{\sigma})$ -($t+a$) 両対数線図を作成すると, その傾きは $S = -1.15 \pm 2.03 \times 10^{-3}$ となった. なお標準偏差は近似誤差を表す. 各保持塑性ひずみにおける a および S を Table 1 に示す. 以上の手順により取

Fig. 7 Stress relaxation rate vs. modified stress relaxation time at $\varepsilon_{Hp} = 2.68 \times 10^{-2}$ ($a = 4.25 \times 10^{-1}$ s).

Fig. 6 Stress relaxation rate vs. stress relaxation time at $\varepsilon_{Hp} = 2.68 \times 10^{-2}$. The a_n represents the time near the time when the stress relaxation rate-stress relaxation time diagram loses its linearity.

得した S を式(9)に用い m^* を算出した. m^* と ε_{Hp} の関係を Fig. 8(a), m^* と $\sigma_{t=0}$ の関係を Fig. 8(b)に示す. 従来, 降伏点近傍または降伏点未満では定数であるとされていた m^*

Table 1 The values of the integration constant and the slope of $\log(-\dot{\sigma})$ vs. $(t + a)$ obtained from liner fitting. The value after “ $\pm$ ” represents standard deviation of the slopes.

ε_{Hp} $\times 10^{-2}$	a , $\times 10^{-1}$ s	S
2.68	4.25	$-1.15 \pm 2.03 \times 10^{-3}$
4.58	4.75	$-1.21 \pm 2.30 \times 10^{-3}$
7.37	4.75	$-1.28 \pm 2.80 \times 10^{-3}$

Fig. 8 The values of dislocation velocity-stress exponent. (a) Relation between dislocation velocity-stress exponent and holding plastic strain. (b) Relation between dislocation velocity-stress exponent and true stress at $t = 0.00$ s.

は, Fig. 8 に示すように, 保持塑性ひずみまたは応力増加に伴い減少することがわかった. 式(2)よりべき乗数である m^* は転位速度の有効応力感受性を表すパラメータと言える. したがって, 保持塑性ひずみ増加に伴い m^* が減少したことは, 転位速度が有効応力から受ける影響が小さくなっていることを表す.

3.4 GL 係数 k , 非熱的応力 σ_a および有効応力 σ_e の取得

GL 係数 k および非熱的応力 σ_a の値は σ - t 線図(Fig. 4)を式(3)により近似することで取得した. なおパラメータ同定に際しては, 式(3)における m^* および a は 3.3 節に示した値とし, k と σ_a を自由パラメータとした. 最終的に決定された各パラメータの値を Table 2 に示す. Table 2 に示すように, 先述の Hariharan らによる報告²⁴⁾と同様に, 本研究においても保持塑性ひずみ増加に伴う k 値の急激なオーダー変化が確認された. また, σ_a は転位間相互作用を起源とする応力の非熱的成分であるとされていることから, 保持塑性ひずみ増加に伴い転位間相互作用が増加したことで σ_a が増加したと言える.

次に有効応力 σ_e を求める. 応力は非熱的成分である非熱的応力と熱的成分である有効応力の重ね合わせで表現される. 従って σ_e は保持開始応力 $\sigma_{t=0}$ から Table 2 に示す σ_a を差し引くことによって求めた. σ_e の保持塑性ひずみ依存性を Fig. 9 に示す. Fig. 9 に示されるように σ_e は保持塑性ひずみに依らず一定であることがわかった. σ_e は先述のように応力の熱的成分であるため, 温度やひずみ速度に依存するとされている. したがって本研究では同一のひずみ速度, 温度で試験を行ったために σ_e は一定値を示したと言える.

Fig. 9 The relation between effective stress and holding plastic strain.

Table 2 The values used for the fittings and obtained from the fittings.

ε_{Hp} $\times 10^{-2}$	m^*	a , $\times 10^{-1}$ s	σ_a , MPa	k , $\text{Pa}^{(1-m^*)} \cdot \text{s}^{-1}$
2.68	7.69	4.25	504	4.61×10^{-12}
4.58	5.72	4.75	568	1.62×10^{-8}
7.37	4.60	4.75	592	1.27×10^{-6}

4. 考 察

4.1 保持塑性ひずみ増加に伴う運動転位密度 ρ_m の変化

本研究目的である転位速度の評価には転位密度の発展を検討することが有効である。特に運動している転位の密度である運動転位密度に着目した。運動転位密度に関して、fcc や bcc などの結晶構造に依らず ρ_m と σ_a の間に以下の関係式が成り立つ^{19,28)} ことが実験的に明らかにされている。

$$\sigma_a = \alpha G b \sqrt{\rho_m} \quad (10)$$

ここで、 α は定数、 G はせん断定数である。この式は、運動転位が比較的均一に分配している¹⁹⁾ 固溶体硬化合金における研究から明らかにされた式であるが、ここでは近似的に式(10)を用いて運動転位密度を見積もる。任意の保持塑性ひずみにおける σ_a を基準の保持塑性ひずみにおける $\sigma_{a,0}$ で除すことで、以下の関係式を得る。

$$\frac{\rho_m}{\rho_{m,0}} = \left(\frac{\sigma_a}{\sigma_{a,0}} \right)^2 \quad (11)$$

σ - t 線図 (Fig. 4) を式(3)により近似することで取得した σ_a (Table 2) を、式(11)に用いることで ($\rho_m/\rho_{m,0}$) を取得できる。以後、基準とする保持塑性ひずみを $\varepsilon_{Hp} = 2.68 \times 10^{-2}$ とし、量記号に下添え字 "0" を記載する。式(11)から求めた保持塑性ひずみと ($\rho_m/\rho_{m,0}$) の関係を Fig. 10 に示す。なお、非熱的応力を用いた式(10)による運動転位密度の見積もり誤差は Yoshinaga ら¹⁹⁾ の文献を精査するとおよそ $\pm 10\%$ であった。この見積もりの誤差は Fig. 10 における誤差棒として示した。なお、この見積もり誤差が後述する転位速度の算出に与える影響については 4.4 節で述べる。Fig. 10 より保持塑性ひずみ増加に伴い運動転位密度は増加する傾向にあることがわかった。bcc 金属においては、塑性ひずみ増加に伴い 1 次すべり系に作用するせん断応力と 2 次すべり系に作用するせん断応力が等しくなることで二重すべりが発生することがわかって²⁹⁾ いる。つまり運動転位は、塑性変形の初期段階において粒内である 1 つのすべり系にのみ存在していたが、塑性ひずみ増加に伴い 2 つ目のすべり系においても存在すると言える。この二重すべりにより運動できる転位が増加したこと

で、運動転位密度が増加したと考えられる。

4.2 転位速度係数 B の保持塑性ひずみ依存性

式(3)における GL 係数 k は保持塑性ひずみに依存するパラメータである (Table 2) ため、任意の保持塑性ひずみにおける k 値を、ある基準の保持塑性ひずみにおける k_0 値で除すことで B 値に関する以下の式を得る。

$$\frac{B}{B_0} = \frac{k}{k_0} \cdot \frac{\rho_{m,0}}{\rho_m} \quad (12)$$

ここで、 B_0 は $\rho_{m,0}$ および k_0 と同様にある基準の保持塑性ひずみにおける値を表す。なお、 φ および b は結晶構造に依存するパラメータであるため、保持塑性ひずみの変化に依らず一定であり、 E^* も同一の材料、試験片形状および万能試験機を使用しているため、保持塑性ひずみに依らず一定である。Table 2 に示す k 値および Fig. 10 に示す ($\rho_m/\rho_{m,0}$) の値を式(12)に用いることで (B/B_0) を取得した。(B/B_0) と保持塑性ひずみの関係を Fig. 11 に示す。従来、 m^* と同様に降伏点近傍または降伏点未満では定数であるとされていた B は、Fig. 11 に示されるように、保持塑性ひずみ増加に伴い増加することがわかった。 B は固溶元素に起因する転位の動きやすさを表す指標としても知られており、一般的に高温ほど転位は熱活性過程による転位運動がしやすいことから、 B は高い値を示すことが明らかにされている³⁰⁾。従って、保持塑性ひずみ増加に伴う B の増加は固溶元素による転位運動の障害が発生しづらくなることを意味する。この要因として、炭素などの固溶元素による比較的弱いピン止め効果により運動を障害されていた転位が保持塑性ひずみの増加に伴い、そのピン止め効果を克服することで転位運動が促進されたことが考えられる。

4.3 転位速度-応力指数 m^* の保持塑性ひずみ依存性

先述のように、転位速度の有効応力感受性を表す m^* が保持塑性ひずみ増加に伴い減少した (Fig. 8) ことは、転位速度が有効応力から受ける影響が小さくなっていることを表す。これは保持塑性ひずみ増加に伴い転位が増加しお互いの運動を障害しあったことによると考えられる。Fig. 10 に示すよ

Fig. 10 The relation between mobile dislocation density and holding plastic strain. The error bars represent the accuracy of the calculation of the mobile dislocation density using Eq. (10).

Fig. 11 The relation between dislocation velocity coefficient and holding plastic strain. The error bars represent the accuracy of calculated mobile dislocation density as shown in Fig. 10.

うに、運動転位密度は保持塑性ひずみ増加に伴い増加した。また、フェライト単結晶において、高塑性ひずみでは低塑性ひずみ時に形成される一方向転位組織に加え、活動すべり系の変化によって別の一方向転位組織も形成され^{31,32)}、これらの転位組織によって転位の平均自由行程が減少する³²⁾とされている。なお、この転位組織の形成は結晶方向や負荷方向に依存するが、本研究では多結晶体を扱っており、この転位組織を持つ結晶粒は一定数存在すると考えられる。転位組織形成による転位の平均自由行程の減少は転位組織に転位が堆積しやすくなっていることを表しており、高塑性ひずみ域ほど不動転位が増加することが考えられる。このように転位密度は保持塑性ひずみ増加に伴い増加することが考えられる。従って、転位密度増加によりお互いの転位運動を阻害しあうことで m^* が減少したと考えられる。

4.4 転位速度 v の保持塑性ひずみ依存性

以上までに、転位速度の保持塑性ひずみ依存性に寄与する因子として以下の2つが挙げられた。

I. 固溶元素による転位の動きやすさを表す B が保持塑性ひずみ増加に伴い増加した (Fig. 11) ことは転位運動が促進されたことを表す。

II. 転位を動かす駆動力となる σ_e が一定 (Fig. 9) かつ、転位速度の有効応力感受性を表す m^* が保持塑性ひずみ増加に伴い減少した (Fig. 8) ことは転位運動が阻害されたことを表す。

従って、転位速度は、降伏点近傍または降伏点未満といった m^* および B がほとんど変化しない範囲で成立していた式 (1) および式 (2) に示される指数関数的な増加とは異なる傾向を示すと予想される。そこで、転位速度と保持塑性ひずみの関係を以下のようにして取得する。任意の保持塑性ひずみにおける v を、ある基準の保持塑性ひずみにおける v_0 で除すことで、 (v/v_0) と有効応力の関係を得る。

$$\frac{v}{v_0} = \frac{B}{B_0} \cdot \frac{\sigma_e^{m^*}}{\sigma_{e,0}^{m_0^*}} = \frac{B}{B_0} \cdot \frac{(\sigma_{t=0} - \sigma_a)^{m^*}}{(\sigma_{t=0,0} - \sigma_{a,0})^{m_0^*}} \quad (13)$$

ここで $\sigma_{t=0,0}$ および m_0^* はある基準の保持塑性ひずみにおける値である。各保持塑性ひずみにおけるそれぞれの値を式 (13) に適用することで、転位速度の保持塑性ひずみ依存性を取得できる。Fig. 4 における $\sigma_{t=0}$ 、Table 2 に示す σ_a および Fig. 11 に示す (B/B_0) を式 (13) に適用することで (v/v_0) を取得した。Fig. 12 に (v/v_0) と保持塑性ひずみの関係を示す。なお、転位速度に関する過去の研究では転位速度を対数軸で整理していたことを鑑み、Fig. 12 における転位速度も対数で整理した。Fig. 12 に示すように転位速度は保持塑性ひずみが増加しても一定の値を示すこと、つまり転位速度は塑性域ではある値に収束していることが明らかとなった。転位速度が一定となった要因としては I に示したピン止め効果を克服することにより転位運動を促進させる要因と、II に示した転位密度増加による転位運動を阻害する要因が材料内部で発生したことによると考えられる。なお、今回は運動転位密度の算出には近似的に式 (10) を用いたが、その見積りの誤差を考慮しても Fig. 12 に示すように転位速度は一定であると言

Fig. 12 The relation between dislocation velocity and holding plastic strain. The error bars represent the accuracy of calculated mobile dislocation density as shown in Fig. 10.

える。

また、Fig. 12 から応力緩和初期においても転位速度は各保持塑性ひずみにおいて一定であることが考えられる。一方、Fig. 5 に示すように応力緩和初期の応力低下量は保持塑性ひずみ増加に伴い増加した。これより応力緩和初期における応力の低下は主に運動転位密度の増加 (Fig. 10) によってもたらされていることがわかる。

5. 結 言

転位速度の保持塑性ひずみ依存性を定量的に明らかにすることを目的とし、さまざまな保持塑性ひずみにおける応力緩和試験を実施し、以下の知見を得た。

(1) 従来、降伏点近傍または降伏点未満では定数であるとされていた転位速度-応力指数 m^* および転位速度係数 B は保持塑性ひずみ増加に伴いそれぞれ減少、増加することが明らかとなった。

(2) 転位速度-応力指数および転位速度係数を用いて転位速度を算出すると、保持塑性ひずみが増加しても転位速度は一定の値を示すことを定量的に示した。

この研究は、公益財団法人 天田財団 2019 年度一般研究開発助成 AF-2019016-B2 により研究が遂行された。ここに感謝の意を表する。

文 献

- 1) H. Yamashita, H. Ueno, H. Nakai and T. Higaki: Honda R&D Technical Review **24** (2012) 142-148.
- 2) M. Takamura, K. Murasawa, Y. Kusuda, Y. Suzuki, T. Hakoyama, Y. Ikeda, Y. Otake, T. Hama and S. Suzuki: J. Phys.: Conf. Ser. **1063** (2018) 012123.
- 3) T. Hama, T. Sakai, Y.P. Korkolis and H. Takuda: J. Phys.: Conf. Ser. **1063** (2018) 012122.
- 4) K. Murasawa, M. Takamura, M. Kumagai, Y. Ikeda, H. Suzuki, Y. Otake, T. Hama and S. Suzuki: Mater. Trans. **59** (2018) 1135-1141.
- 5) W.G. Johnston and J.J. Gilman: J. Appl. Phys. **30** (1959) 129-143.
- 6) D.F. Stein and J.R. Low Jr.: J. Appl. Phys. **31** (1960) 362-369.
- 7) J.S. Erickson: J. Appl. Phys. **33** (1962) 2499-2506.

- 8) H.D. Guberman: *Acta Metall.* **16** (1968) 713-721.
- 9) A.P.L. Turner and T. Vreeland Jr.: *Acta Metall.* **18** (1970) 1225-1235.
- 10) H. Saka and T. Imura: *J. Phys. Soc. Jpn.* **32** (1972) 702-716.
- 11) W.F. Greenman, T. Vreeland Jr. and D.S. Wood: *J. Appl. Phys.* **38** (1967) 3595-3602.
- 12) K. Marukawa: *J. Phys. Soc. Jpn.* **22** (1967) 499-510.
- 13) J.A. Gorman, D.S. Wood and T. Vreeland Jr.: *J. Appl. Phys.* **40** (1969) 833-841.
- 14) T. Imura and S. Takeda: *J. Phys. Soc. Jpn.* **26** (1969) 1326.
- 15) D.P. Pope, T. Vreeland Jr. and D.S. Wood: *J. Appl. Phys.* **38** (1967) 4011-4018.
- 16) R.C. Blish II and T. Vreeland Jr.: *J. Appl. Phys.* **40** (1969) 884-890.
- 17) J.C.M. Li: *Can. J. Phys.* **45** (1967) 493-509.
- 18) I. Gupta and J.C.M. Li: *Metall. Trans.* **1** (1970) 2323-2330.
- 19) H. Yoshinaga, S. Matsuo and H. Kurishita: *J. Japan Inst. Metals* **48** (1984) 35-42.
- 20) D.W. Moon and T. Vreeland Jr.: *J. Appl. Phys.* **39** (1968) 1766-1770.
- 21) M. Srinivasan, H.L. Fotedar and T.G. Stoebe: *Phys. Status Solidi A* **17** (1973) 257-265.
- 22) B.X. Xu, X.M. Wang and Z.F. Yue: *J. Mater. Res.* **23** (2008) 2486-2490.
- 23) M.S. Mohebbi, A. Akbarzadeh, Y.-O. Yoon and S.-K. Kim: *Mech. Mater.* **89** (2015) 23-34.
- 24) K. Hariharan, P. Dubey and J. Jain: *Mater. Sci. Eng. A* **673** (2016) 250-256.
- 25) Y. Tomota, P. Lukas, S. Harjo, J.-H. Park, N. Tsuchida and D. Neov: *Acta Mater.* **51** (2003) 819-830.
- 26) T. Ohgaku and N. Takeuchi: *J. Soc. Mater. Sci., Japan* **31** (1982) 799-803.
- 27) N. Takeuchi, K. Terada and S. Yonetani: *J. Soc. Mater. Sci., Japan* **27** (1978) 176-182.
- 28) H. Nakashima, H. Nakagaki, H. Kurishita and H. Yoshinaga: *Trans. ISIJ* **27** (1987) 395-401.
- 29) S. Matsuo: *Materia Japan* **46** (2007) 342-347.
- 30) H. Hayakawa, D. Terada, F. Yoshida, H. Nakashima and Y. Goto: *Tetsu-to-Hagané* **89** (2003) 1076-1081.
- 31) T. Hama, K. Kojima, M. Kubo, H. Fujimoto and H. Takuda: *ISIJ Int.* **57** (2017) 866-874.
- 32) A. Uenishi, E. Isogai, N. Sugiura, Y. Ikematsu, M. Sugiyama and S. Hiwatashi: *Shinnittetsu-Giho* **392** (2012) 58-63.