点欠陥への超音波縦波伝搬速度依存性に関する 純アルミ単結晶による考察*

小林 道明^{*1}, 青山 尚弘^{*2}, 三浦 節男^{*3}
柴野 純一^{*3}, 唐 世 華^{*4}

Pure Aluminum Single Crystal Study on Point Defect Dependence of Ultrasonic Longitudinal Wave Velocity

Michiaki KOBAYASHI^{*5}, Naohiro AOYAMA, Setsuo MIURA,
Junichi SIBANO and Shihua TANG

^{*5} Department of Mechanical Engineering, Kitami Institute of Technology,
Kitami-shi, Hokkaido, 090-8507 Japan

In the authors' previous study, velocity changes of ultrasonic waves under simple and pure shear states were studied both theoretically and experimentally. The research work revealed the quite different longitudinal wave velocity changes between under the simple and pure shear states and also distinguished longitudinal velocity change under the pure shear state, on the other hand transverse wave velocity changes under simple and pure shear states showed almost the same change tendencies similar to the texture development under both shear states. Therefore, to clear the different effects due to plastic deformation on transverse and longitudinal waves velocity changes under simple and pure shear states the microstructural changes of polycrystal solids were investigated via finite element polycrystal model (FEPM). The analyzed results suggested that the transverse wave velocity depends upon texture developments mainly, whereas the longitudinal wave velocity depends heavily upon point defects induced by intersected cross slips among dislocations. The principal object of this paper is experimental verification of point defects dependence of the longitudinal wave velocity using a pure Aluminum single crystal. As a result, no point defects occurring under single slip stage was simulated by FEM analysis for crystal plasticity and experimental evidence of no longitudinal wave velocity changes under same stage was shown. It was confirmed that the longitudinal waves velocity depends under the point defects.

Key Words: Longitudinal Wave Velocity, Intersected Cross Slip, Point Defects, Pure Shear State, Finite Element Polycrystal Model, Single Crystal, Crystal Orientation

1. 緒 言

著者らは超音波非破壊材料評価法に関する一連の研究において、塑性変形状態、すなわち塑性変形による降伏曲面や集合組織の変化、微視的すべり帯に関連した局所変形などを評価する超音波非破壊材料評価法の理論モデルを提案した。その後、数値解析結果と実験結果との比較検討など一連の研究を通して提案の理論モデルが妥当なものであることを報告した^{(1)~(5)}。また、先の報告⁽⁶⁾で、それぞれねじりと等二軸引張-圧縮による単純せん断と純粋せん断状態における超音波縦波と横波の伝搬速度変化を理論的かつ実験的に検討

した結果、縦波の伝搬速度変化が単純せん断と純粋せん断による塑性変形下で大きく異なることが明らかになった。すなわち、単純せん断状態では縦波の伝搬速度変化が生じないのに対し、純粋せん断状態では顕著な伝搬速度変化が数値シミュレーションおよび実験で観察された。一方、横波の二つのモードの伝搬速度変化は、単純せん断と純粋せん断の両状態におけるほぼ同様な集合組織の進展と同じくシミュレーション結果も実験結果もともに両せん断状態において集合組織の進展と同様にほぼ一致した変化傾向を示した。そこで、両せん断状態における縦波と横波の伝搬速度変化に及ぼす塑性変形の異なった効果の要因を明らかにするため、有限要素多結晶モデル (FEPM)⁽⁷⁾ による多結晶体の微視的構造変化を前報⁽⁸⁾において検討した。検討結果は、横波の伝搬速度は主に集合組織進展に依存するのにに対し、縦波の伝搬速度は転位の切り合いによって生じた点欠陥に強く依存することを示唆していた。

本研究では、純アルミ単結晶を用いて縦波伝搬速度

* 原稿受付 2005 年 1 月 17 日。

^{*1} 正員、フェロー、北見工業大学機械システム工学科 (〒090-8507 北見市公園町 165)。

^{*2} 学生員、北見工業大学大学院工学研究科。

^{*3} 正員、北見工業大学工学部。

^{*4} 正員、School of Mechanical and Power Engineering East China University of Science and Technology (No. 130, Meilong Road Shanghai 200237, China)。

E-mail: kobayasi@mail.kitami-it.ac.jp

の点欠陥依存性の実験的検証を試みる。そのため、まず始めに、結晶塑性の有限要素解析によって単一すべり場では点欠陥が生じないことをシミュレーションで明らかにする。次いで、縦波伝搬速度の点欠陥依存性を検証するために、単一および多重すべり場における縦波伝搬速度変化を測定し、点欠陥が発生しない単一すべり状態において塑性変形によっても縦波伝搬速度が変化しないことを実験的に実証する。

2. 塑性損傷超音波伝搬速度の 数理論モデル

著者らの一人は塑性変形下における材料の力学的挙動に関して数理論モデルを提案し、そのモデルに基づき塑性損傷超音波伝搬速度の定式化を試みている⁽¹⁾⁽²⁾⁽⁴⁾。提案の数理論モデルにおいては塑性変形による弾性力学特性の損傷(弾塑性カップリング効果： d_{ij}^p)を考慮し、Il'iushinの指摘⁽⁹⁾にあるように塑性ひずみ増分 d_{ij}^p がその損傷分だけ降伏曲面の垂直則からのずれを生じるものとし、塑性構成方程式を次式で定義している。

$$d_{ij}^p = \delta \cdot \sigma'_{ij} d\bar{\lambda} + d_{ij}^c \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$d_{ij}^c = \lambda_{ij}^p \bar{\sigma}'_{ij} - \frac{1}{3} \delta_{ij} \lambda_{kk}^p \bar{\sigma}'_{kk} \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$d\bar{\lambda} = \bar{\Lambda}_{rs} \bar{\sigma}'_{rs} \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$\bar{\Lambda}_{rs} = \frac{3 \bar{\sigma}'_{rs}}{2 H' \bar{\sigma}'_{kl} \bar{\sigma}'_{kl}} \quad \dots\dots\dots (4)$$

$$H' = \left(\frac{\partial \bar{\sigma}}{\partial \bar{\epsilon}^p} \right)_{C_0} \quad \dots\dots\dots (5)$$

$$\lambda_{ij}^p = - \frac{K_{ijklmn}}{(H')^2} \cdot \frac{dC_v}{d\bar{\epsilon}^p} \cdot \frac{\partial \bar{\sigma} / \partial \sigma'_{kl}}{\partial \bar{\epsilon}^p / \partial \epsilon'_{mn}} \quad \dots\dots\dots (6)$$

ここで、

d_{ij}^p : 塑性ひずみ増分

d_{ij}^c : 弾塑性 coupling strain rate

$\bar{\sigma}$: 相当応力

$\bar{\epsilon}^p$: 相当塑性ひずみ

C_0 : 点欠陥密度

$\bar{\sigma}'_{ij}$: Euler 応力の Jaumann 共回転応力成分

$\bar{\sigma}'_{ij}$: $\bar{\sigma}'_{ij}$ の偏差成分

$\bar{\sigma}'_{ij}$: 降伏曲面の負荷点で降伏曲面に垂直な偏差応力成分

δ_{ij} : Kronecker のデルタ

$\delta = \begin{cases} 0: \text{弾性負荷, 除荷} \\ 1: \text{塑性負荷} \end{cases}$

なお、大文字の添字は自由標(free index)である小文字の添字に対応する擬標(dummy index)である。また、記号の詳細は文献(2)、(4)を参照されたい。

ここで、せん断ひずみ状態を想定し、 x_1 - x_2 平面内

のせん断変形を考えれば、 $\sigma_3=0$, $\sigma_1=-\sigma_2$, $\epsilon_3^p=\epsilon_2^p=0$ となる。したがって超音波縦波を x_3 方向に入射した場合、その伝搬速度は式(7)となる。

$$\rho_0 V_L^2 = \lambda + 2G - \frac{4}{9} G^2 (\lambda_{11}^p + \lambda_{22}^p) - \frac{16}{9} G^2 \lambda_{33}^p \quad \dots\dots\dots (7)$$

ここで、

ρ_0 : 未変形状態における密度

V_L : 縦波伝搬速度

G, λ : Lamé の定数

である。上式において λ_{ii}^p は垂直塑性ひずみに依存する項⁽¹⁰⁾で、単純せん断状態においてはすべて零であり、したがって単純せん断状態での塑性変形下において超音波縦波の伝搬速度は塑性変形の進展によっても変化しないことが理論的に予測され、実験的にも検証されている⁽⁶⁾。また、純粋せん断状態では、 λ_{ii}^p は零にはならず、超音波縦波の伝搬速度が塑性変形とともに変化することを実験的に検証した⁽⁶⁾。

一方、超音波横波の伝搬速度は単純せん断および純粋せん断状態においては塑性変形の進展とともに両状態においてほぼ同じ変化をすることが数値シミュレーションと実験によって確かめられた⁽⁶⁾。

前報⁽⁶⁾において、上記の単純せん断および純粋せん断状態における超音波縦波および横波の伝搬速度特性に関わる材料微視組織の要因について考察するために有限要素多結晶モデル(FEPM)⁽⁷⁾を用い、両せん断状態において塑性変形の進展に伴い材料に生じるそれぞれの微視組織構造変化を解析し、その相違点について検討を行った。その結果、単純せん断と純粋せん断状態における集合組織の進展は面内、面外ともに両状態において塑性ひずみが中程度まではほぼ同じ発達を示しており、したがって超音波横波の伝搬速度変化が集合組織形成と密接な関係にあることを推定した。

一方、単純せん断と純粋せん断状態における超音波縦波の伝搬速度変化の相違に関しては、単純せん断と比較して純粋せん断状態においてはスピニングが拘束されることによりすべり変形においては多重すべりが生じやすく、その際に転位間の切り合いによる点欠陥発生確率が増加するのではないかと考えた。したがって、この推定を確かめるために有限要素多結晶モデルにおいて主すべり系とそれに交差する二次すべり系のそれぞれのせん断ひずみ増分の積を算定し、単純せん断と純粋せん断状態におけるその比較を試みたところ純粋せん断状態においては多重すべりによる転位間の切り合いとそれによる点欠陥発生確率が非常に高いことが予想された。

超音波縦波伝搬速度に関わる以上の予想は多結晶体の場合についてであり、多結晶体においてはすべり変形機構が複雑であるためその直接的検証は極めて困難である。したがって、すべり変形機構がより単純である単結晶により純粋せん断状態で点欠陥発生確率が低いと想定される単一すべり変形下での超音波縦波の伝搬速度変化を測定することにより上記の予想の実験的検証を試みる。そのために3章以降において単結晶の純粋せん断状態における単一すべり変形機構について検討を進める。

3. FEPM によるすべり変形の

理論的検討

結晶のすべり変形において転位が交差するすべり面ですべて変形する際に転位の切り合いが生じる場合があり、この切り合いの際にジョグが形成され点欠陥が発生することが知られている。しかしながら、点欠陥の発生を理論的に計算することは困難で、本研究においては種々の結晶方位分布を有する多結晶体内の各結晶粒内すべり量を解析できるFEPMを用いて転位間の切り合いによる交差すべり量を計算し、その量に確率的に比例するものとして点欠陥の発生量を推定する。

ここでは、FEPM解析において各要素の初期結晶方位をすべて同じ結晶方位にすることにより単結晶モデルとして転位間の切り合いによる交差すべりに関する量と結晶方位の影響について検討を試みる。

3・1 転位間の切り合いによる交差すべりの解析

図1にFCCすべり系を示す。一つの結晶格子内に四

Slip plane	Slip direction			
a ($\bar{1}11$)	II $[0\bar{1}1]$	III $[101]$	VI $[110]$	
b ($11\bar{1}$)	II $[0\bar{1}1]$	IV $[\bar{1}01]$	V $[\bar{1}10]$	
c ($11\bar{1}$)	I $[011]$	III $[101]$	V $[\bar{1}10]$	
d ($\bar{1}\bar{1}1$)	I $[011]$	IV $[\bar{1}01]$	VI $[110]$	

Fig. 1 Slip system of FCC materials

つの等価なすべり面と、一つのすべり面において3方向のすべり方向が存在し、計12個のすべり系が存在する。12個のすべり系の中の一つのすべり系に対して互いが切り合うように交差してすべりを生じる可能性を有するすべり系が8個存在する。そこで、ある要素*i*の主すべり系のせん断ひずみ増分を $\dot{\gamma}_i^p$ とし、二次すべり系の中で主すべり系と交差する可能性のあるすべり系のせん断ひずみ増分を $\dot{\gamma}_s^p$ ($s=1\sim 8$)とすれば、それぞれのすべり量の積を全要素にわたって加算した転位間の切り合いによる交差すべり量を Γ で定義し、次式で表す。

$$\Gamma = \sum_{i=1}^n \sum_{s=1}^8 \dot{\gamma}_i^p \dot{\gamma}_s^p \dots \dots \dots (8)$$

ここで*n*は要素数である。本研究では要素数を729個とし、各要素の初期方位を同一にして単結晶モデルとした。そして変形段階ごとに生じる、転位間の切り合いによる交差すべりに関する量を式(8)により求める。なお、数値計算では材料をアルミニウムとし、材料定数は加工硬化指数 $n=0.25$ 、塑性係数 $F=160$ MPa、縦弾性係数 $E=62.4$ GPaおよび等方硬化を仮定してTaylor因子 $M=3.07$ を用いた。また、純粋せん断状態とするため境界条件は立方体の境界面

Crystal orientation		Euler angle		
		ϕ	θ	ψ
Type 0	—◆—	1.571	0.393	2.356
Type I	—■—	1.339	5.365	4.020
Type II	—●—	2.013	2.674	4.961
Type III	—▲—	0.608	0.363	2.061

Fig. 2 Comparison of total amount intersected cross slips at shear stress directions under pure shear states

においてひずみ増分が $\dot{\epsilon}_1 = -\dot{\epsilon}_2$, $\dot{\epsilon}_3 = 0$ となるように変位成分を与えている。

3.2 単結晶の純粹せん断状態における転位間の交差すべり量 単結晶の純粹せん断状態で結晶方位に対して種々の負荷方位による場合について FEM を用いて算出した転位間の交差すべりに関する量を図2に示す。図2から純粹せん断状態での負荷方位 Type 0, Type I, Type II において転位間の交差すべりが発生しない塑性変形領域が存在し、この領域は単一すべり状態であると推定できる。なお、その後の転位間の交差すべり量の増加は、多重すべりによるものと考えられる。一方、Type III においては変形初期から転位間の切り合いが生じており、後述するようにこの負荷方位では共役すべりにより多重すべりが生じ

ていることがわかる。

3.3 最大分解せん断応力方位の回転 純粹せん断状態での負荷方位 Type 0~III における外部最大分解せん断応力の塑性変形の進行に伴う方位回転のようすを標準ステレオ三角形により図3に示す。図3から最大分解せん断応力の方位が標準ステレオ三角形の内部にある Type I と Type II の場合には、主すべり系の単一すべりによって結晶が変形および回転し、その変形および回転につれて最大分解せん断応力の方位がすべり方向に向かって回転することと主すべり系の加工硬化により、ある程度の変形の後に二次すべり系が活動を開始し、転位間の交差すべりが生じることがわかる。それに対して、Type III の場合は始めに最大分解せん断応力の方位が標準ステレオ三角形の $[001]$ と $[011]$ を結ぶ辺にあり、そのため、その辺を共有する主すべり系とそれに共役なすべり系が同時に活動を開始し、変形初期から転位間の交差すべりが生じていることがわかる。また、Type 0 においては最大分解せん断応力の方位が $[111]$ と $[011]$ を結ぶ辺上にあり共役すべり系が活動しているが、主すべり系と同一すべり面上でのすべりであるため転位間の切り合いは生じていない。なお、Type 0 は後述の純アルミ単結晶による実験の際の試料の結晶方位に対する負荷方位であり、詳細については4章の実験検証において再度論述する。

Fig. 3 Shear stress directions in standard stereographic triangle under pure shear states

4. 実験による検証

4.1 試験片 3章で行ったシミュレーション結果の検証を行うために純アルミ単結晶材料(純度 99.999%)を用い、Type 0 と同じ負荷方位での等二軸引張・圧縮試験(純粹せん断状態)を行う。試験片は機械加工により図4に示す形状に仕上げ、機械加工変質

Fig. 4 Geometry of specimen, loading directions and crystal orientation for pure shear test

Fig. 5 Equipment of biaxial loading test

Fig. 6 Block diagram of biaxial combined loading

Fig. 7 Crystal orientation and surface of specimen

層はフッ化水素水溶液により除去した。

4.2 試験装置 本実験において、純粋せん断状態の実験には図5に示す二軸負荷試験機を使用した。試験機の二軸荷重は独立に水平対向に設置された二対のステッピングモータにより、各軸ごとに荷重、あるいはひずみを同時に制御できる。本実験ではクリップゲージにより x 軸と y 軸の変位を測定し、純粋せん断状態となるように、変位をステッピングモータで制御し、試験片の中央において板厚方向に入射した5 MHz 超音波縦波の伝搬速度の変化をPEO(Pulse Echo Overlap)法⁽³⁾⁽⁶⁾により計測した。図6に二軸負荷装置と音速測定装置のブロック図を示す。

4.3 単結晶試験片の負荷方法 図7に示す結晶方位を有する純アルミ単結晶試験片に図示した方位に引張・圧縮荷重を負荷する。その際、せん断応力の方位は $[111]$ と $[110]$ を結ぶ辺上を移動する。その辺の共役すべり面は、主すべり面と同じすべり面であるため、塑性変形初期において活動すべり面が交差せず、点欠陥が発生しないものと考えられる。

Fig. 8 Experimental result of longitudinal wave velocity in pure Al single crystal under pure shear test

Fig. 9 Stress-strain relations of pure Al single crystal under pure shear states

4.4 実験結果と考察 純アルミ単結晶を用いた超音波縦波の伝搬速度の変化の実験結果を図8に示す。変形初期(a)においては超音波縦波伝搬速度の変化が見られなかった。これは単一すべりが発生し、転位間の切り合いによる交差すべりの発生がなく、それに伴う点欠陥の発生がなかったためと考えられる。また、変形中期(b)においては、塑性変形の進展に伴い縦波の伝搬速度が減少している。これは、加工硬化に

より単一すべりから多重すべりに移行し、点欠陥が発生し、引き続き増加したため、伝搬速度が減少したものと考えられる。変形後期(c)については、縦波の伝搬速度の変化が見られなくなっている。これは図9に示すせん断応力-ひずみ曲線において領域(c)でせん断応力がピークに達している位置と一致していることから局所変形発生領域であることが推測される。実際に試験後の試験片には試験片隅の領域ですべり帯が見られ、局所変形が発生していた。したがって、試験片全体の均一な変形が妨げられ変形が一部に集中した結果、試験片中央部分における超音波縦波の伝搬速度に変化が見られなくなったものと考えられる。

なお、FEPMによる結晶方位 Type 0 の転位間の交差すべり量解析では、相当塑性ひずみが40%付近まで転位間の交差すべりが生じていないが、実験結果では5%付近から超音波縦波の伝搬速度変化が生じており、単一すべりの後に多重すべりが生じているとの定性的傾向は合致しているが、多重すべりが開始すると想定した塑性ひずみ量において定量的にはかなりの相違が生じている。この相違に関してはFEPMの解析において加工硬化の機構などに転位挙動をはじめとする格子欠陥の影響がどの程度精度良く反映されているかについてさらなる努力の余地と必要性があり、多重すべりの場合の検証も行いたい。これらは今後の検討課題としたい。

5. 結 言

先に、応力およびひずみ状態が同一で、スピンの異なる単純せん断と純粋せん断状態における超音波縦波の伝搬速度が塑性変形下においてそのそれぞれの変化傾向が異なる要因として転位間の切り合いによって発生する点欠陥の存在を推定したが、本研究においてはその理論的・実験的検証を試みた。そのため、多結晶に比較してすべり変形機構がより単純な単結晶を想定し、まず始めに、FEPMにより点欠陥量に確率的に比

例すると考えられる転位間の切り合いによる交差すべりを結晶方位に対して種々の負荷方位の場合について算定し、転位間の交差すべりが生じない、すなわち単一すべり状態で点欠陥が発生しないと考えられる負荷方位を推定した。次いで、その結果を基に、純アルミ単結晶に等二軸引張・圧縮荷重を負荷し純粋せん断状態を作り出し、そのときの超音波縦波の伝搬速度の変化を測定した。その結果、単結晶における超音波縦波伝搬速度は、単一すべり状態において変化が見られなかった。一方、多重すべり状態においては変化が見られた。このことから、超音波縦波伝搬速度は点欠陥に依存するということを実験的に検証することができた。

文 献

- (1) 小林道明, 弾塑性変形状態における音響現象の解析〔超音波による応力解析の基礎理論(等方・均質の場合)], 機論, 48-432, A (1982), 1072-1081.
- (2) Kobayashi, M., Theoretical study of acoustoelastic effects caused by plastic anisotropy growth, *Int. J. Plasticity*, 3-1 (1987), 1-20.
- (3) 小林道明・ほか4名, 複合負荷塑性変形状態における超音波非破壊材料評価, 機論, 62-604, A (1996), 2810-2816.
- (4) Kobayashi, M., Ultrasonic nondestructive evaluation of microstructural changes of solid materials under plastic deformation, Part I. Theory, *Int. J. Plasticity*, 14-6 (1998), 511-522.
- (5) 小林道明・ほか3名, 超音波非破壊材料評価の複合負荷による実験的検証と塑性異方性発達の評価, 機論, 65-638, A (1999), 2149-2156.
- (6) 小林道明・ほか5名, 単純せん断と純粋せん断状態における超音波速度変化に及ぼす集合組織と交差すべりの影響, 機論, 67-660, A (2001), 1402-1408.
- (7) 高橋寛, 多結晶塑性論, (1999), 1-76, コロナ社.
- (8) Kobayashi, M., ほか5名, Ultrasonic nondestructive material evaluation method and study on texture and cross slip effects under simple and pure shear states, *Int. J. Plasticity*, 19 (2003), 771-804.
- (9) Il'iushin, A. A., On the increments of plastic deformation and the yield surface, *PMM*, 24 (1960), 663-666.
- (10) 小林道明, 弾塑性変形状態における音弾性理論, 機論, 55-517, A (1989), 1956-1965.