Fe-3%Al 単結晶の引張特性と加工硬化挙動

竹元 嘉利*・瀬沼 武秀*

Tensile Properties and Work-hardening Behavior of Fe-3%Al Single Crystal

Yoshito TAKEMOTO and Takehide SENUMA

Synopsis : The tensile deformation behavior of single and poly-crystal Fe-3%Al alloys was investigated at room temperature. The work hardening rate (WHR) of the polycrystalline alloy monotonously decreased with increasing strain and increased with decreasing grain size. The WHR of the single crystal alloy was remarkably lower than that of the polycrystalline alloy, and the single crystal alloy exhibited a peculiar behavior that could be classified into four different types depending on the tensile axes. When the tensile axes were on the line connecting $\langle 102 \rangle$ and $\langle 101 \rangle$ in the stereo triangle, the characteristics of deformation of the single crystal alloy were steady and its WHR showed a monotonous decrease similar to that observed in the case of the polycrystalline alloy. For most of the tensile orientations, including $\langle 001 \rangle$, the WHR curve changed from concave to convex with a strain increase. The WHR for the $\langle 101 \rangle$ orientation also showed the maximum and minimum values, i.e., it dropped immediately after reaching the maxima. This behavior was considered ascribable to the transition of the dislocation structure. The deformation for the $\langle 111 \rangle$ orientation was characterized by the highest yield stress and work softening, which were caused by some intense slip bands with discontinuous stress drops. Lattice rotation with tensile deformation in single crystal alloys was also examined by an electron backscatter diffraction (EBSD) measurement. For determining the rotation direction, the stereo triangle was divided into two areas by a great circle connecting $\langle 113 \rangle$ and $\langle 102 \rangle$.

Key words : single crystal; bcc structure; work-hardening; dislocation cell structure; lattice rotation.

1. 緒言

Fe-Al合金は軽量で高温耐食性にも優れることから自動車をはじめとした構造材料として期待されている^{1,2)}。この合金系はAl添加量に比例して合金密度が低下するとともに降伏強度は増加し、10mass% (以後、mass%を省略して10%Alのように記述する) 付近で500MPaを越える固溶強化を示す³⁾。ただしAlの含有量が13%Al以上に増加すると規則構造が形成され、延性が著しく低下するため、Fe-10%Alまでが実用的と考えられる。またAlはフェライトを安定化させγループを形成するため、Fe-1.5~11%Alの合金では室温から融点まで構造変化がなくフェライト構造を維持する。

一方で鉄をはじめとしてMo, Nb, Wなど多くの純金属や合金ではbcc構造を持ち、その変形挙動の研究は古くから行われているが⁴⁻⁷⁾、fcc構造と比較して不明な点が多く残されている。特に、bccのすべりは波状すべりを呈するものが多く、すべり面の特定が非常に困難であることから、多くの説が提唱され、いまだに完全には解決にいたっていない。ただしすべり方向は最密方向の $\langle 111 \rangle$ で一致している。これまでbccのすべり面として、すべり方向を含

む全ての面 (ペンシルグライド)、 $\{110\}$ 、 $\{112\}$ 、 $\{123\}$ が報告されているが、現在では $\{110\}$ と $\{112\}$ のみがすべり面として考えられている⁸⁾。bcc金属の変形挙動は顕著な組成依存性、方位依存性、ひずみ速度依存性および温度依存性を示すことから、単純に鉄とMoやWの変形挙動を比較することはできない。

本報告ではFe-3%Al合金単結晶を中心に、各種引張方位における引張試験を行いその加工硬化挙動、結晶回転および変形組織観察を行った結果を報告する。

2. 実験方法

本研究で使用したFe-3%Al合金の成分をTable 1に示す。粗大結晶粒からX線ラウエ法により方位を決定し、 $\{100\}$ 、 $\{110\}$ および $\{111\}$ を板面にもつ板材を切り出した。 $\{110\}$

Table 1. Chemical composition of Fe-3%Al alloy.

Element	(mass%)								
	Fe	Al	C	Si	Mn	P	S	Ti	N
Fe-3%Al	96.99	2.99	0.003	0.003	0.007	0.002	0.0003	0.002	0.0008

平成23年10月31日受付 平成23年12月19日受理 (Received on Oct. 31, 2011 ; Accepted on Dec. 19, 2011)

* 岡山大学大学院自然科学研究科産業創成工学専攻 (Graduate School of Natural Science and Technology, Okayama University, 3-1-1 Tsushima-naka Kitaku Okayama 700-8530)

と {111} 板材は同一の結晶粒から切り出し、{100} 板材は別の結晶粒から切り出した。各板材から Fig.1 に示す引張試験片を放電加工により切り出し、鏡面仕上げした。試験片表面には変形の様子を観察するため 0.5mm 四角のメッシュをインクジェットプリンターで描画し、初期ひずみ速度 $8.33 \times 10^{-4}/s$ 、室温にて引張を行うとともに変形の過程をビデオ撮影した。変形後の試験片は硬さ試験、OM、SEM 観察、EBSD による結晶回転測定および TEM 観察を行った。

3. 結果及び考察

3・1 多結晶材の引張挙動

本研究で使用した Fe-3%Al 合金粗大結晶から熱間鍛造・冷間圧延および焼鈍処理 (700~1050℃) により結晶粒径を変えた多結晶板材を作製し、引張試験を行った結果を Fig.2 に示す。引張方向はいずれも冷間圧延方向 (RD) とした。粒径が小さいほど引張強度は増加しているが、降伏応力は粒径 355 μm と 1095 μm ではほとんど変わらなかった。特に粒径 1095 μm の試料では、試験片ゲージ部の厚さ方向に 1 個、幅方向に 2、3 個の結晶粒しか存在しないため、引張軸に対して高い Schmid 因子を持つ結晶粒が優先的に降伏したものと考えられる。加工硬化率 (WHR) については粒

Fig. 1. Specifications of the specimen used for the tensile test.

Fig. 2. True stress-strain (solid line) and work-hardening rate (WHR: broken line) curves for Fe-3%Al poly-crystals having various grain sizes.

径が小さいほど高く、ひずみの増加に伴って単調減少を示した。例えば $\epsilon_t = 0.05$ における WHR は結晶粒径 d (mm) を用いて

$$WHR_{0.05} = 500 + 208 \cdot d^{-0.5} \text{ MPa}$$

と近似することができた。Hall-Petch 則は粒径と降伏応力の関係を表したものであるが、測定した結晶粒径の範囲内では WHR もまた Hall-Petch 則に従うことが分かった。多結晶材のひずみ初期の WHR が 1.5GPa 程度であることは、後述する単結晶材のいかなる方位でも達成されず、結晶粒界の存在は加工硬化に非常に大きな影響を及ぼしていることが分かった。粒径 62 μm における降伏応力および加工硬化率は過去の文献値³⁾ とほぼ一致した。

3・2 単結晶材の引張挙動

多結晶材と比較すると単結晶の引張挙動は引張方位によって著しく異なり、ヤング率、降伏応力、加工硬化特性、破断伸びなどが大きな影響を受ける。Fig.3 にステレオ三角形上の稜線およびコーナーに引張軸を持つ試験片についての引張特性を示す。なお、試料 1~6 は {001} 表面を有し、試料 7~14 は {110} 表面を有する。従って、1 と 14 および 6 と 7 はそれぞれ同一方向への引張であるが、試料表面が異なる試料である。

(a) ヤング率は <001> で最も低く (100GPa)、<111> で最も高かった (280GPa)。したがって $E_{111}/E_{001} = 2.8$ であり、純鉄 ($E_{111}/E_{001} = 271/129 = 2.1$)^{9,10)} と比較するとかなり大きく、特に E_{001} が非常に小さい。本研究の <001> と <111> のヤング率はひずみゲージ法による引張試験および共振法によって測定され、両測定による差異はほとんど認められなかった。Fe-Al 合金では Al の添加量の増加に伴ってヤング率が低下することが知られており¹⁰⁾、特に <001> での低下が著しいことが示唆される。

単結晶の <uvw> 引張におけるヤング率 (E) は、<001> と <111> で実測したヤング率 E_{001} 、 E_{111} を用いて (1) 式で表される¹¹⁾。

$$\frac{1}{E} = \frac{1}{E_{001}} - 3 \left(\frac{1}{E_{001}} - \frac{1}{E_{111}} \right) (\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2) \quad (1)$$

なお、 α_1 、 α_2 、 α_3 は <uvw> の方向余弦である。(1) 式による計算値と実測値は良い一致を示した。

下部降伏応力は (b) に示すように <111> が最も高く 240MPa であった。しかし最大分解せん断応力 (MRSS) で表すと、引張軸によって多少異なるが、<101> が最も高く (83MPa)、<114> 付近が最低 (71MPa) であった。また、<001> と <101> 引張を比較すると、いずれも Schmid 因子 ($S.F = 0.471$) が等しい {112} <111> すべりが作動し、後者

Fig. 3. Tensile properties of Fe-3%Al single crystals. (a) Young's modulus, (b) Lower yield stress and maximum resolve shear stress, (c) Strain at yield, (d) Tensile strength, (e) Vickers hardness, and (f) Tensile axes are indicated with number from 1 to 14 on the stereo-triangle, for all the samples.

の反双晶化方向のすべりの方が2～5%程度高い降伏応力を示した。

(c) は下部降伏点におけるひずみを表しており、<001>が最も大きく、<111>付近で最も小さな値となった。(a)と比較するとちょうどヤング率とは相反関係にあることが分かった。(b)と(c)の積によって、塑性変形開始までに蓄積できる弾性ひずみエネルギーを見積もると、(c)のグラフに近い傾向を示した。すなわち<001>が蓄積できるひずみエネルギーが最も大きく、<414>付近が最も小さい結果となった。

(d) は引張強度を公称応力と真応力で示した。<001>引張では公称で120%もの破断伸びを示すことから、真応力

では500MPaもの強度を示す。一方、<111>ではほとんど加工硬化を示さず、降伏後ただちに加工軟化したため降伏点引張強度となった。

(e) は引張破断後の試験片を用い、チャック近傍の未変形領域での硬さと、均一変形部での硬さを比較した。未変形部では100～110Hv程度の硬さであるが、変形部ではいずれも硬化しており、特に破断伸びの大きかった<001>では160Hvまで硬化していることが分かった。

各種引張方位での真応力-真ひずみ曲線とWHR変化をFig.4に示す。縦列左から、001-101, 001-111, 111-101, 112-101ライン上に初期方位(ステレオ三角形内の丸印)をもつ曲線である。また試料表面は(a)-(d)が{100}, (e)-(k)

Fig. 4. Orientation dependence of the true stress-strain curve (solid line) and WHR (broken line) of a Fe-3%Al single crystal. Tensile axes are indicated by a circle in the stereo- triangles. The surface normal direction for (a)- (d) is $\langle 100 \rangle$; for (e)- (h), $\langle 110 \rangle$; and for (i)- (o), $\langle 111 \rangle$.

が $\{110\}$, (i) - (o) が $\{111\}$ を有する試料である。したがって (a) (e) は $\langle 001 \rangle$ 引張, (d) (k) (o) は $\langle 101 \rangle$ 引張であるが, それぞれの表面方位が異なる。

対称2重すべりが作動する 001-101 ライン上の引張 (c) では高い WHR (~ 700 MPa) を示し, ひずみの増加とともに減少するのが特徴であった。またこの晶帯上の公称応力-ひずみ曲線は多結晶材とよく似た放物線状を呈し, 変形挙動は極めて安定している。ただし破断伸びは 25~40% と比較的小さい。

001-111 ライン上の引張では $\langle 001 \rangle$ 引張 (e) で 120% もの破断伸びを示したが, 引張方位が $\langle 111 \rangle$ に近づくにつれ破断伸びは小さくなった。また WHR 変化は 3 次曲線のように最初下に凸の曲線から上に凸の曲線に転じる挙動を示した。このような WHR 特性は TRIP 鋼のように加工誘起変態を伴う合金でよく知られているが^{12,13)}, Fe-3%Al には変態がないため TRIP とは異なり, 活動すべり系の変化によると考えられる。さらに変形初期の WHR の極小値は引張方位が $\langle 111 \rangle$ に近づくにつれて低下し, $\langle 111 \rangle$ (i) では加工軟化に転じた。

111-101 ライン上では $\langle 101 \rangle$ 引張 (k) の WHR が全引張方位の中で最も高い (900MPa) 値を示した。WHR の変化は複雑な挙動を示し, 特に (i) と (k) では WHR の極大値から急激な減少に転じているのが特徴的である。くびれ発生以前に何らかの下部組織変化があることが推測される。

112-101 ライン上の引張は 001-111 と同様の挙動を示した。これらの WHR 挙動を大まかに分類すると, 102-101 ライン上で見られる単調減少型, 多くの方角で見られる 3 次曲線型, $\langle 101 \rangle$ 付近で見られる極大値からの急変型, そして $\langle 111 \rangle$ での加工軟化型に分けられる。

3・3 引張に伴う結晶回転

引張破断後の試料から EBSD により引張方位の回転を調査した結果を Fig.5 に示す。測定は試験片のチャック近傍の未変形領域から取得した方位を初期方位として図中黒丸で示し, 同一試験片の均一変形領域から取得した方位までを矢印で示した。また図中の破線は 113 から 102 を結ぶ大円 ($[\bar{2}11]$ 晶帯) を表す。

001-111 ライン上の引張において, (a) と (b) ではいずれも $[111]$ 方向に大きく結晶回転しているがいずれも 113

Fig. 5. Lattice rotation in the uniformly deformed area of the specimen after the tensile test. The initial axis is indicated by a solid circle. Broken lines show the great circle connecting $\langle 113 \rangle$ and $\langle 102 \rangle$.

付近で回転は留まっている。113付近の停留点について Seeger¹⁴⁾ は Keh⁶⁾ の行った純鉄の実験結果に着目し活動すべり系を議論している。一方、113から111に引張軸が近づく(c, d, i-l)と、今度は001-101ラインに向けて回転するようになった。ただし回転量は 12° 以内で比較的小さかった。

001-101ライン上の引張軸(e~g)ではいずれも $[111]$ 方向に回転しているが、 $\langle 103 \rangle$ 引張(h)では $[111]$ からずれた方向に回転している。また(e~h)の引張においていずれも破線で示す113-102ラインで回転が留まっており、このラインを境に別のすべり系に移行すると思われる。さらに引張軸が102を越えて101に近づく(q~s)と、今度は101方向に回転し、 $\langle 101 \rangle$ 引張(t)では全く回転は認められなかった。(q~s)における回転量は 2° 程度と非常に少なく、このため安定した引張挙動をもたらしたものと考えられる。

一方、ステレオ三角形内部の引張方位(m~o)では、回転量が非常に大きく、いずれも001-101ライン上にまで回転していることが分かった。

3・4 コーナー方位の変形組織

Fig.6~8はコーナー方位である001, 101, 111引張試験後のTEM組織を示す。Fig.6の $\langle 001 \rangle$ 引張組織は非常に転位密度が高く、 $1\mu\text{m}$ 程度の転位セルが観察された。隣り合うセル間の方位差は約 2° であることが電子線プローブ回折の結果から分かった。

Fig. 6. TEM micrograph of a Fe-3%Al single crystal deformed by a tensile test for which the tensile direction is $\langle 001 \rangle$.

Fig.7は $\langle 101 \rangle$ 引張試験後のTEM組織を示す。(a)は試料表面が $\{110\}$ 、(b)は試料表面が $\{001\}$ の試料でいずれもネッキングを起こした箇所の組織である。(a)では2つの $\langle 111 \rangle$ 方向に転位壁が発達し平行四辺形のセル組織が観察された。この2つのすべり系は $\{112\} \langle 111 \rangle$ すべりであった。Hidaら¹⁵⁾が行ったFe-3%Si単結晶引張でも同様の組織が得られたが、Fe-3%Siのセル間隔が約 $0.3\mu\text{m}$ であったのに対して、Fe-3%Alでは $1\mu\text{m}$ 程度であった。この違いは材料の強度差によるとと思われる¹⁶⁾。Fe-3%Siの降伏応力と引

Fig. 7. TEM micrographs of a Fe-3%Al single crystal deformed by a tensile test for which the tensile direction is $\langle 101 \rangle$. (a) As observed from the surface normal, and (b) as observed from the side surface.

Fig. 8. TEM micrograph of a Fe-3%Al single crystal deformed by a tensile test for which the tensile direction is $\langle 111 \rangle$.

張強度はともに Fe-3%Al のほぼ 2 倍であった。また (a) のセル組織は引張曲線において最大応力に到達したところで形成され、それ以前ではラビリンス組織である。さらに最大応力以降はこのセル組織を維持したまま変形が進行することが確認されている。したがって、 $\langle 101 \rangle$ 引張の高い加工硬化率はラビリンス転位組織によってもたらされ、一旦 (a) のようなセル組織が形成されれば、セル壁に沿って変形が進行し、局所くびれの原因となると考えられる。Fig. 4 (k) で示された WHR の急激な低下は、このような転位組

Fig. 9. Optical microscopy (OM) and EBSD analysis of the specimen deformed by a tensile test for which the tensile direction is $\langle 111 \rangle$. Band “A” is hardly deformed, as shown in the inverse pole figure (IPF) in the tensile direction (TD), and band “B” is rotated to $\langle 101 \rangle$.

織の変化によるものと考えられる。(b) は (a) の側面方向から観察した組織に相当し、縦方向に伸びた転位壁が認められた。

Fig. 8 は $\langle 111 \rangle$ 引張試験後の TEM 組織を示す。 $\langle 111 \rangle$ 引張挙動は Fig. 4 (i) で示されるように、高い降伏応力を示した後、加工軟化挙動をとる。また図からは分かりにくいですが、降伏後、不連続な応力降下が数回発生した。TEM 観察によると細長いセル組織が観察されるが、セルの長手方向が 2 方向存在した (図中矢印)。また、Fig. 6, 7 と比較するとセル壁の転位密度は非常に低かった。

$\langle 111 \rangle$ 引張における不連続な応力降下を調査するため、EBSD 測定を行った。不連続な応力降下時には双晶バンドのような変形帯が 5, 6 カ所形成され、Fig. 9 はその変形帯の逆極点図形 (IPF) 解析の結果を示す。変形帯は bcc 金属で観察される $\{112\}$ $\langle 111 \rangle$ 双晶ではなく、領域 (A) と変形帯 (B) は $\langle 110 \rangle$ を軸として 18° の回転関係をもつことが分かった。また、領域 (A) では格子回転がほとんど起こっておらず、変形帯 (B) では $111 \rightarrow 101$ に結晶回転した結果、対称 2 重すべりが作動し加工硬化率が回復したのと考えられる。

4. 結論

Fe-3%Al 合金の加工硬化挙動を調査するため、粒径を変化させた多結晶材および単結晶材の各種方位での引張試験

を行った結果以下の知見が得られた。

(1) 多結晶材では粒径が小さくなるほど WHR は高く、単結晶材より圧倒的に高い。またひずみ量の増加に伴って単調に減少する。

(2) 単結晶の WHR 変化は非常に複雑な挙動を示し、引張方位に大きく依存する。大別すると4つのタイプに分類された。

(3) 結晶回転方向はステレオ三角形の 113-102 を結ぶ大円によって2分され、最終安定方位は $\langle 101 \rangle$ である。

文 献

- 1) J.Herrmann, G.Inden and G.Sauthoff: *Acta Mater.*, **51**(2003), 2847.
- 2) J.Herrmann, G.Inden and G.Sauthoff: *Acta Mater.*, **51**(2003), 3233.
- 3) D.G.Morris, M.A.M.Morris and L.M.Requejo: *Mater. Sci. Eng. A*, **460-461**(2007), 163.
- 4) S.Takeuchi: *Bull. Jpn. Inst. Metals*, **7**(1968), 14.
- 5) T.Takeuchi: *Jpn. J. Appl. Phys.*, **8**(1969), 320.
- 6) A.S.Keh: *Philos. Mag.*, **12**(1965), 9.
- 7) A.S.Argon and S.R.Maloof: *Acta Metall.*, **14**(1966), 1449.
- 8) P.Franciosi: *Acta Metall.*, **31**(1983), 1331.
- 9) W.J.Mcgregor Tegart 著, 高村仁一, 三浦精, 岸洋子 共訳: 金属の力学的性質 その転位論的アプローチ, 丸善, 東京, (1975), 98.
- 10) 技術資料 金属材料の弾性係数, 日本機械学会編, 日本機械学会, 東京, (2001), 40.
- 11) 阿部秀夫: 金属組織学序論, コロナ社, 東京, (1975), 303.
- 12) Y.Tomoda, S.Ryufuku and M.Piao: *J. Soc. Mater. Sci., Jpn.*, **40**(1991), 27.
- 13) N.Tsuchida, Y.Morimoto, S.Okamoto, K.Fukaura, Y.Harada and R.Uejii: *J. Jpn. Inst. Met.*, **72**(2008), 769.
- 14) A.Seeger: *Phys. Stat. Sol. (a)*, **201**(2004), 21.
- 15) M.Hida, X.Jiang, Y.Takemoto and K.Yamamoto: *J. Soc. Mater. Sci., Jpn.*, **47**(1998), 1046.
- 16) J.Cuddy and M.N.Bassim: *Mater. Sci. Eng. A*, **113**(1989), 421.