



Title	ODSフェライト鋼の高温引張試験における粒界通りの二次元的観察
Author(s)	増田, 紘士; 谷口, 聡; 佐藤, 英一; 杉野, 義都; 鶴飼, 重治
Citation	日本金属学会誌, 79(5), 287-294 https://doi.org/10.2320/jinstmet.J2014061
Issue Date	2015-05
Doc URL	http://hdl.handle.net/2115/76410
Type	article
File Information	J. Jpn Inst. Met. Mater. 79(5) 287.pdf



[Instructions for use](#)

ODS フェライト鋼の高温引張試験における 粒界辺りの二次元的観察*1

増田 紘士^{1,*2} 谷口 聡^{1,*3} 佐藤 英一¹ 杉野 義都^{2,*4} 鶴飼 重治²

¹国立研究開発法人宇宙航空研究開発機構宇宙科学研究所

²北海道大学大学院工学研究院

J. Japan Inst. Met. Mater. Vol. 79, No. 5 (2015), pp. 287-294

© 2015 The Japan Institute of Metals and Materials

Two-Dimensional Observation of Grain Boundary Sliding of ODS Ferritic Steel in High Temperature Tension

Hiroshi Masuda^{1,*2}, Satoshi Taniguchi^{1,*3}, Eiichi Sato¹, Yoshito Sugino^{2,*4} and Shigeharu Ukai²

¹Institute of Space and Astronautical Science, Japan Aerospace Exploration Agency, Sagamihara 252-5210

²Division of Materials Science and Engineering, Hokkaido University, Sapporo 060-8628

High-temperature tensile deformation was performed using ODS ferritic steel, which has grain structure largely elongated and aligned in one direction, in the direction perpendicular to the grain axis. In the superplastic region II, two-dimensional grain boundary sliding (GBS) was achieved, in which the material did not shrink in the grain-axis direction and grain-boundary steps appeared only in the surface perpendicular to the grain axis. In this condition, a classical grain switching event was observed. Using kernel average misorientation maps drawn with SEM/EBSD, dominant deformation mechanisms and accommodation processes for GBS were examined in the different regions. Cooperative grain boundary sliding, in which only some of grain boundaries slide, was also observed. [doi:10.2320/jinstmet.J2014061]

(Received December 3, 2014; Accepted February 19, 2015; Published May 1, 2015)

Keywords: superplastic deformation, grain boundary sliding, grain switching, microgrid

1. 緒 言

等軸微細多結晶性材料を特定の歪速度において高温変形させると、超塑性と呼ばれる現象が生じる。これは、引張変形下において材料が局所的なネッキングを生じることなく数百パーセントに及ぶ巨大伸びを発現する現象であり、1934年に Pearson¹⁾ によって発見されて以来、微細結晶粒組織を有する数多くの合金およびセラミックスにおいて観察されてきた。宇宙航空分野においては、板材から複雑形状を有する構造部材へとニアネットシェイプ加工を施すために超塑性変形が用いられており、宇宙科学研究所(ISAS/JAXA)では、科

学衛星に搭載する姿勢制御システム用の燃料タンクをチタン合金の超塑性成型により作製している²⁾。

超塑性変形は粒界辺りと、それに伴う粒界三重重点近傍における応力集中を緩和するための付随現象が重畳することで発現すると考えられているが、それらの相互作用的なメカニズムの詳細は未だ完全に解明されてはいない。過去の研究では、超塑性変形後の材料表面における粒界辺りを観察し、結晶粒の移動をトレースすることでメカニズムの検討が試みられてきた^{1,3-5)}。特に観察面垂直方向の粒界辺りが起こると、変形前に予め鏡面研磨を施した試料表面で、粒界に沿った段差が観察される¹⁾。一方観察面内方向の粒界辺りを観察するには、スクラッチを始めとした表面マーカが用いられ、スクラッチのずれから粒界辺りが観察されてきた³⁾。近年では、スクラッチマーカに代わり集束イオンビーム(FIB)により作製した微細等間隔グリッドを用いることでより精密な分析が可能となり、辺りが生じた粒界近傍における付随現象に対しても実験的なアプローチが可能となってきた^{4,5)}。

しかし、表面観察を中心とした一連の研究には大きく分けて二つの問題点が存在する。第一に、自由表面において結晶粒は面外方向への拘束を受けないため、表面とバルク内部とでは粒に働く応力場が異なる点が挙げられる。変形の大部分はバルクが占めることから、表面観察では変形の本質的な理解には至らない。第二に、多結晶性材料の引張変形の三次元

*1 Mater. Trans. **55**(2015) 1599-1605 に掲載。英文掲載時と異なる点は以下のとおり。①Table 1 を追加、②2 章に Y₂O₃ 粒子の平均粒子径、形状、体積分率を加筆、③4 章 2 節に粒界性格が粒界辺りに及ぼす影響について OIM ソフトにより検討した結果を加筆、④各図の Caption をより適切な表現に修正、および Fig. 5 を改訂。

*2 東京大学大学院生 (Graduate Student, The University of Tokyo)

*3 東京大学大学院生、現在：新日鐵住金(株) (Graduate Student, The University of Tokyo, Present address: Nippon Steel and Sumitomo Metal Corp.)

*4 北海道大学大学院生、現在：(株)コベルコ科研 (Graduate Student, Hokkaido University, Present address: Kobelco Research Institute. Inc.)

性が、実験結果と二次元的な理論モデルとの比較を困難としている点が挙げられる。特に表面観察においては材料内部から新たな結晶粒が出現することで粒の移動のトレースが複雑化し、変形の全体像を捉えることが困難となる。

前者の問題点に対して、松木ら⁶⁾は2枚の超塑性アルミニウム合金を拡散接合した際に接合面に生じる酸化粒子層を内部マーカとし、超塑性変形後にマーカ粒子の並びのずれを観察することで材料内部における粒界迂りを捉えることに成功したが、これに対する後続研究は行われておらず以後の進展は見られない。また後者の問題点は依然として残されており、三次元的な結晶粒の移動の精確な分析には至らなかった。一方、その後者の問題点に対して、Rust と Todd⁷⁾ は剪断試験によって超塑性変形を二次元的に抑制し、材料表面における粒界迂りの観察を試みた。これによりマクロな試験片レベルでは二次元的な超塑性変形を生じさせることに成功したが、ミクロな結晶粒レベルでは面外方向への粒の移動が生じており、後者の問題を完全に解消するには至らなかった。また前者の問題点も残されたままとなっている。このように、二つの問題点を補完した実験結果は未だ報告されていない。

本研究では、ODS (Oxide Dispersion Strengthened : 酸化物分散強化型)フェライト鋼を使用することで上記二点の問題を解決し、本材料の高温変形中に生じる二次元的な粒界迂りを観察することで、実験結果と理論モデルの比較を可能とし、超塑性変形メカニズムを解明することを目的とした。本材料は次世代型ナトリウム冷却高速増殖炉用の燃料被覆管への利用を目的として開発が進められている合金である⁸⁾。本合金の板材は冷間加工方向へと一方向に大きく伸長した結晶粒が並んだ組織を有している。これまでに、加工垂直方向での高温引張試験において、平行方向と比較して顕著な強度低下が報告されており、粒界迂りの関与が予想されてきた^{9,10)}。耐熱構造材料として粒界迂りによる強度低下は解決しなければいけない問題点であるが、本研究では加工垂直方向にのみ粒界迂りが生じる性質を利用し、二次元的な粒界迂りの実現を試みた。すなわち、本合金は細長い鉛筆を束にしたような結晶粒組織を有しており、伸長方向と垂直な高温引張変形を与えることで鉛筆の束が引き伸ばされるように二次元的な結晶粒の移動が生じると予想される。加えて、細長い結晶粒が材料内部まで伸長していることから粒界迂りに及ぼす自由表面の影響が軽減され、表面と内部で等価な変形が期

待される。すなわち、結晶粒の伸長方向と垂直な試料表面を観察することで、材料内部で発生した二次元的な粒界迂りを表面で観察できると期待される。

2. 実験方法

本研究で用いた材料は、Table 1 に示す化学組成を有する ODS フェライト鋼である。本合金は、本実験におけるすべての温度範囲でフェライト単相であることが知られている⁹⁾。材料作製は、フェライトおよびイットリア粉末のメカニカルアロイングによって行い、1423 K における熱間押し出し、圧下率 85% の冷間圧延により合金板材を得た。本研究では、高温での結晶粒組織の安定化を図るため、冷間圧延材に 1423 K で 4 h の熱処理を施し、その後焼入れをした再結晶組織を使用した。Fig. 1 に、FE-SEM を用い、電子線後方散乱回折 (EBSD) によって観察した本合金の再結晶後の微視組織を示す。切片法により計測した結晶粒径は、それぞれ、120 μm (圧延方向 RD)、21 μm (圧延面内横方向 TD)、11 μm (圧延面法線方向 ND) であった。結晶粒が RD 方向へと大きく伸長しているのは、冷間圧延時、イットリア粒子の強力なピン止め作用によって TD 方向への粒界移動が阻害されたためである¹¹⁾。本合金中に分散したイットリア粒子は、平均粒子径 5 nm の球形状で、体積分率は 0.40 vol% であった。

Fig. 2 に示すよう、引張試験片は引張軸が TD となるよう放電加工によって作製した。ここで、ゲージ部は長さ 6.5 mm (TD)、幅 1.5 mm (RD)、厚さ 0.5 mm (ND) とした。ゲージ部の側面 (RD 面) には観察のため、機械研磨および電解研磨を施した。電解研磨は、室温において 90% 酢酸 + 10% 過塩素酸溶液を用い 15 V で 30 s 間行った。変形前後の試験片側面における同一視野観察が行えるよう、側面を EBSD 法によりステップサイズ 0.2 μm で観察した後、FIB を用いて幅 0.3 μm 、長さ 100 μm のラインマーカを 5 μm 間隔で加工し、20 \times 20 の正方形格子を作製した。

Table 1 Chemical composition of the ODS ferritic steel used in this study. (mass%)

Fe	Cr	C	W	Al	Zr	Ti	Y ₂ O ₃
Bal.	15	0.03	2	3.8	0.32	0.12	0.35

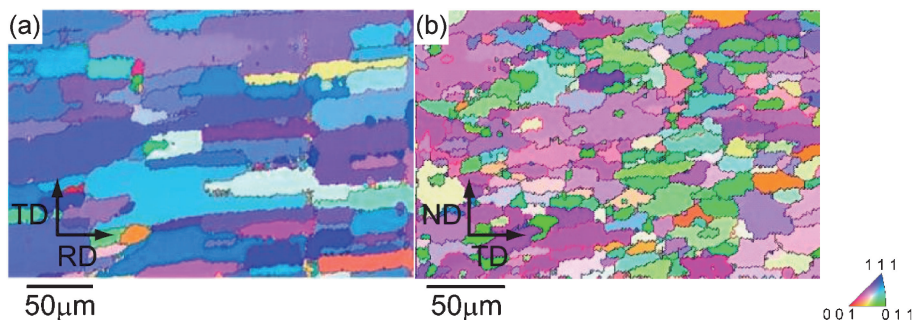


Fig. 1 Inverse-pole-figure (IPF) maps of the ODS ferritic steel recrystallized at 1423 K: (a) in the ND plane, and (b) in the RD plane.

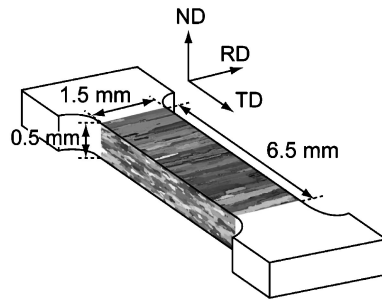


Fig. 2 Schematic of a tensile test specimen. The tensile direction is perpendicular to the rolling direction (RD).

引張試験は高周波誘導加熱装置を備えた油圧式サーボ疲労試験機を用いて、温度 1173 K、チャンバ内圧力 10^{-4} Pa の条件下で行った。公称歪速度は 1.0×10^{-3} , 1.0×10^{-4} , 1.0×10^{-5} , および $3.8 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ とし、さらに低速度での引張変形を与えるために応力 27 MPa でのクリープ試験を実施した。なお試験はいずれも材料が破断するまで行った。

引張試験後、レーザー顕微鏡を用いて RD 面上の格子マーカを観察し、さらに RD 面および ND 面における表面プロファイル測定を行った。その後、高温引張試験中に試料表面に形成した酸化層を除去するため、クロスセクションポリッシュを用いて RD 面の観察範囲を 100 nm 程度イオン研磨し、変形前と同一視野における EBSD 観察を行った。結晶方位解析装置 (OIM) による解析から得られた方位マップを変形前のものと比較し、微視組織変化を評価した。特に、Kernel Average Misorientation (KAM) マップを使用し、局所的な結晶格子の方位差から転位組織を分析することで変形メカニズムの同定を試みた。なお、以前の報告¹²⁾では酸化層を除去するために変形後に数 μm の機械研磨を行っていたが、本研究ではイオン研磨を導入することで研磨厚さが 100 nm 程度と大幅に減少し、表面マイクログリッドの損耗を抑えることにも成功した。また、変形前に観察された結晶粒がいずれも変形後に確認されたことから、1173 K における変形中に顕著な再結晶は生じず組織は安定に維持されていたことが確認できる。

3. 実験結果

3.1 力学特性

Fig. 3(a)には引張試験の公称応力-公称歪曲線、Fig. 3(b)にはクリープ曲線をそれぞれ示す。なお、応力-歪曲線からいずれも加工硬化の小さな定常応力変形であることがわかる。すなわちクリープ試験は低速度の引張試験とほぼ同等であるとみなすことができ、その歪速度は定常クリープ速度の $9.2 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ に相当する。Fig. 4 は、変形応力と歪速度の両対数グラフであり、超塑性変形に特有の S 字型をしている。このグラフは傾きに応じて 3 つの領域に分けることができ、それぞれ Region I, II, III に対応する。グラフの傾きは式 (1) で表される歪速度感受性指数 m 値に対応しており、超塑性変形は m 値が 0.3 を超える領域で発現することが実験的に知られている^{13,14)}。

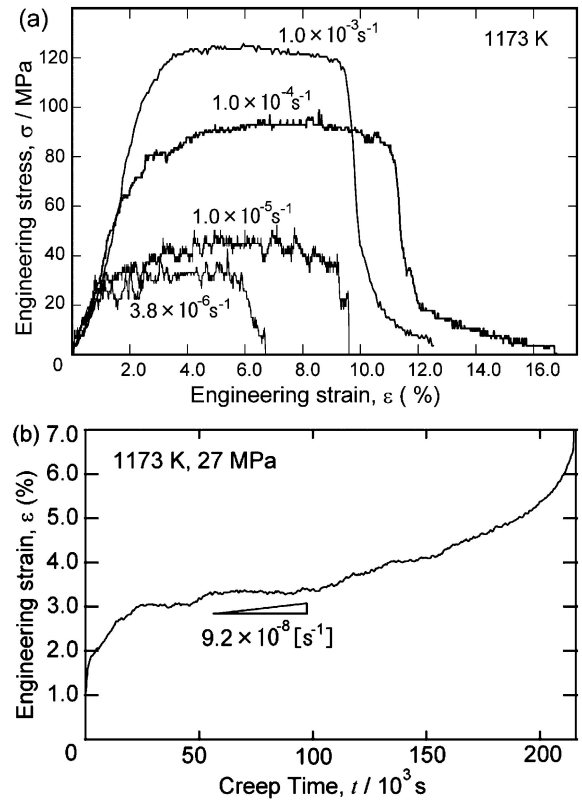


Fig. 3 (a) Engineering stress-strain curves of four tensile tests. (b) Creep curve with a stress of 27 MPa and the strain rate is estimated to be $9.2 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ from the average rate between 40 and $120 \times 10^3 \text{ s}$.

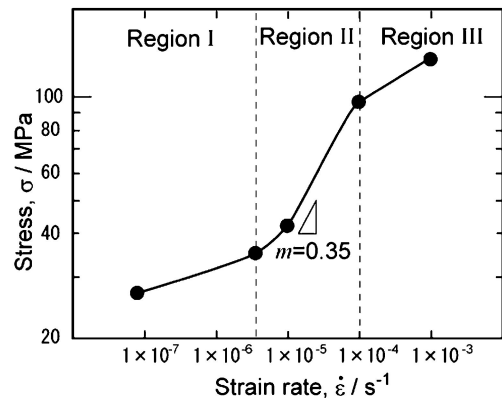


Fig. 4 Logarithm plots of the stress and the strain rate. At $1.0 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, the strain-rate sensitivity index m reached the maximum value of 0.35.

$$m = \partial \log \sigma / \partial \log \dot{\epsilon} \quad (1)$$

ここで、 σ は変形応力、 $\dot{\epsilon}$ は歪速度をそれぞれ表す。本研究では、 m 値が 0.35 に達したことから、超塑性の発現が予想されるが、Region II における引張伸びは約 8% に留まっており、典型的な超塑性伸びには及ばなかった。この理由については後ほど考察を行う。

3.2 変形の二次元性

Fig. 5 では、変形の前後における試験片の厚み方向 (ND) と幅方向 (RD) の減少量を、破断歪で割ることによって引張歪 1% に対応する値へと換算して示す。歪速度 1.0×10^{-4}

s^{-1} 以上の領域 (Region III に相当) では, 厚み方向, 幅方向の減少量はいずれも引張伸びのおよそ 1/2 と, 引張軸と垂直な方向の変形の異方性は小さかった. 一方, 歪速度 $1.0 \times 10^{-5} s^{-1}$ 以下の領域 (Region II に相当) では厚み方向の減少

量が約 0.7% であるのに対し, 幅方向の減少量は約 0.1% に留まっている. つまり Region II の変形は, 引張軸と垂直な方向に大きな異方性を示し, 幅方向 (RD) では制約された二次元変形であることがわかる.

3.3 変形後の表面状態

Fig. 6 および Fig. 7 は, 変形前に鏡面研磨を施した試験片表面を, 変形後にレーザー顕微鏡によって観察した表面プロファイルであり, 歪速度 $1.0 \times 10^{-5} s^{-1}$ (Region II), および $1.0 \times 10^{-3} s^{-1}$ (Region III) で変形させた試料の RD 面および ND 面の結果をそれぞれ示す. なお, 「2. 実験方法」で述べたように, 高温変形中に試料表面に生じた酸化層は, およそ 100 nm のイオン研磨で除去可能な程度に薄いため, 表面プロファイル測定結果に影響を与えない.

Fig. 6 に示すように, Region II では変形後の試料表面で粒界にステップが観察された. これらのステップは粒界りによって生じたものとみなすことができるが, RD 面におけるステップは $0.5 \mu m$ に満たない一方で, ND 面におけるステップには $3 \mu m$ を超えるものも見られる. この結果は粒界

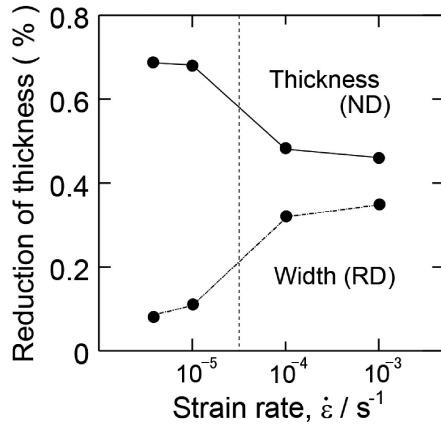


Fig. 5 Reductions of thickness (ND) and width (RD) between before and after deformation at different strain rates normalized to a tensile strain of 1%.

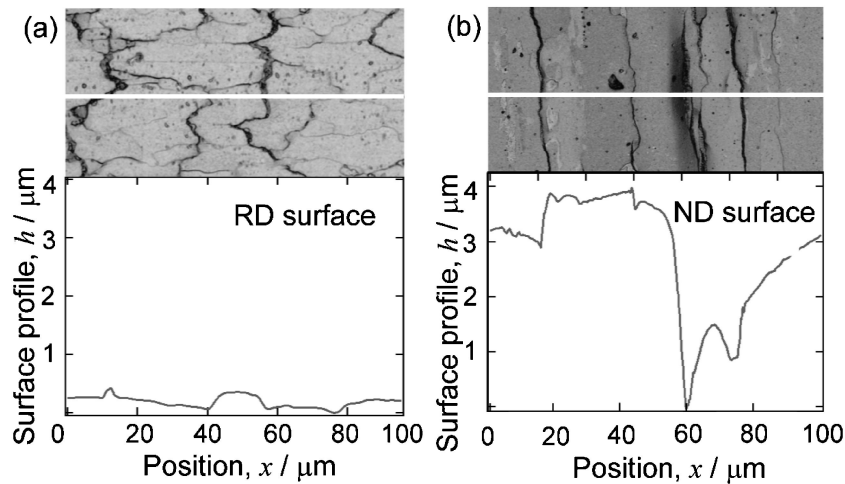


Fig. 6 Surface profiles measured using a laser microscope after deformation at $1.0 \times 10^{-5} s^{-1}$ in (a) the RD surface and (b) the ND surface.

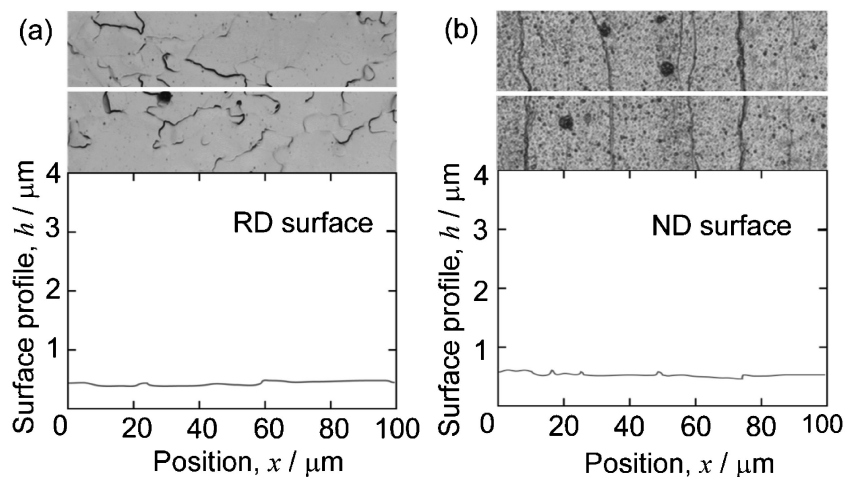


Fig. 7 Surface profiles measured using a laser microscope after deformation at $1.0 \times 10^{-3} s^{-1}$ in (a) the RD surface and (b) the ND surface.

迂りが RD には制約を受けていることを示し、Fig. 5 の結果とも一致する．すなわち Region II における変形は、ちょうど鉛筆の束を引っ張った時に鉛筆同士が互いに滑り合うような、二次元的な粒界迂りにより進行することがわかる．

一方、Fig. 7 に示すように、Region III では変形後に明瞭なステップが観察されず、粒界迂りが生じなかったことが確認できる．

3.4 粒界迂りと結晶粒スイッチング

Fig. 8 には、変形前および各歪速度で 7~10% の引張変形を与えた試料のマイクログリッド写真を示す．なお、Fig. 8 (a) は SEM、Fig. 8 (b)~(e) はレーザー顕微鏡により撮影したものである．Fig. 8 (c) および (d) において白丸をつけた箇所ではマイクログリッドのずれが観察でき、ここから粒界迂りの生じた位置およびその変位量が特定できる．本研究ではこれらのマイクログリッドの変形を EBSD マップと合わせて観察した．

Fig. 9 (a), (b) は、歪速度 $1.0 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ における変形前後での逆極点図 (IPF) マップであり、Fig. 8 (d) と同一視野に当たる．図中にて赤の長方形で囲んだ箇所を拡大したものを

Fig. 10 (a), (b) にそれぞれ示す．この領域では、変形前には結晶粒 A と B が接触しているのに対して変形後にはそれらが分断され、一方で変形前に離れた位置にあった結晶粒 C と D が接触している様子が観察される．これは超塑性変形の素過程であるスイッチングを捉えたものである．Ashby と Verrall が提唱した二次元モデル¹⁵⁾によると、スイッチングにより生じる局所的な垂直歪は約 55% とされるが、本研究では約 8% の引張伸びでスイッチングの観察に至った．この結果は、粒界迂り変形が強い不均一性を内在することを示唆し、その不均一性によって局所的に大きな歪が生じたと考えられる．

3.5 KAM マップ

Fig. 11 には、EBSD 法により観察を行った、各歪速度での変形後の KAM マップを示す．KAM コントラストの強度は幾何学的必要 (GN) 転位の密度とよく対応することが知られており¹⁶⁾、KAM マップを用いることで材料内部の不均一な GN 転位組織を可視化することができる．本研究ではマイクログリッドと KAM マップを組み合わせることで、それぞれの歪速度における変形メカニズム、および粒界迂りを

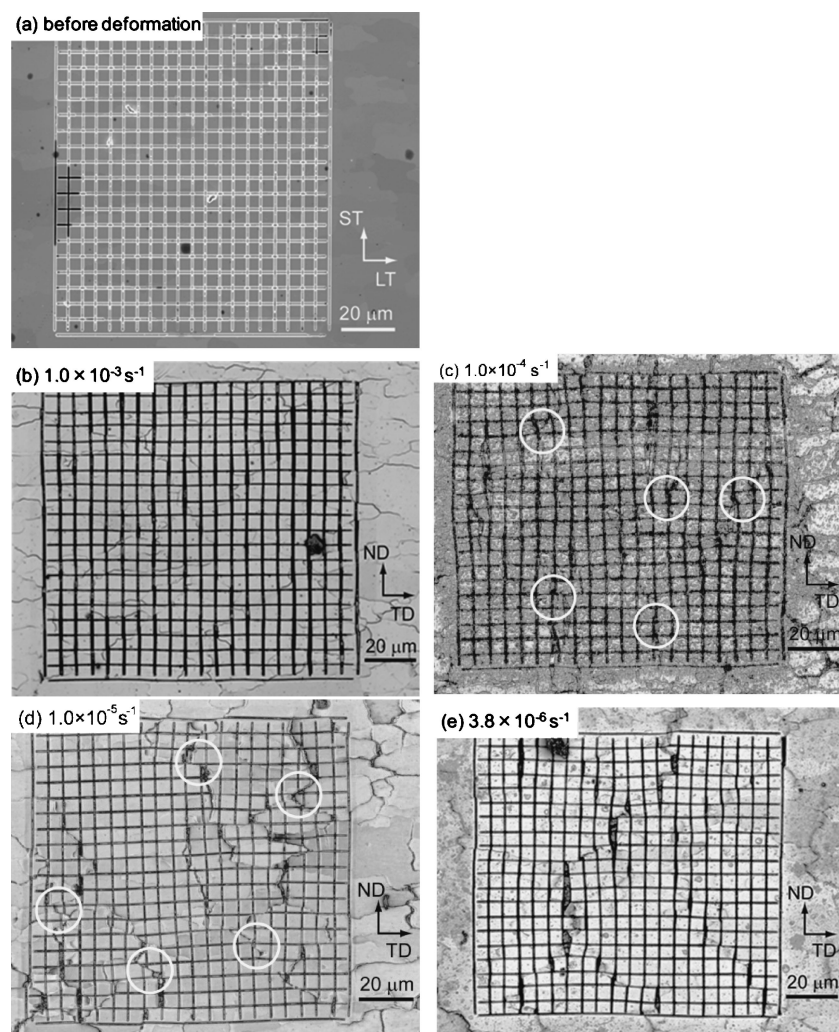


Fig. 8 Microgrid milled on the RD surface by an FIB and observed (a) before deformation with an SEM, and (b) after deformation at $1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, (c) at $1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, (d) at $1.0 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ and (e) at $3.8 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ with a laser microscope. In (c) and (d) some of grid gaps are pointed by white circles.

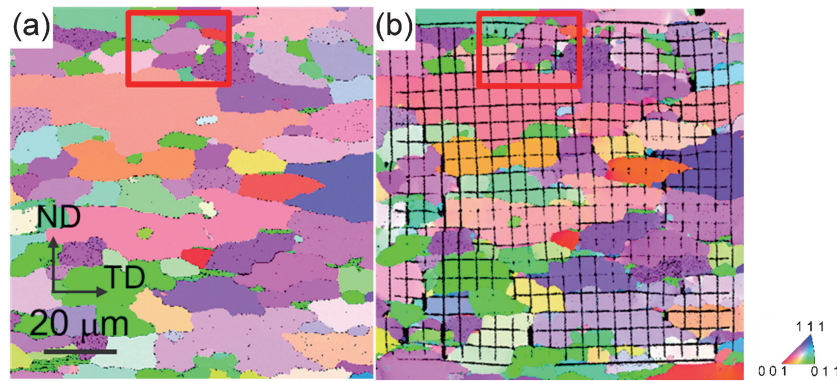


Fig. 9 IPF maps of the same view in the RD surface (a) before and (b) after deformation at $1.0 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

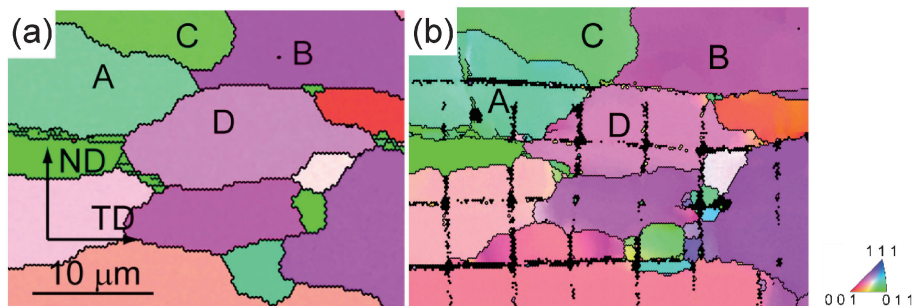


Fig. 10 Magnified views of the marked squares of Figs. 9 (a) and (b), respectively. Grain A touched B before deformation, whereas grain C touched D after deformation, which shows a grain neighbor switching event as a result from GBS.

緩和する付随現象を考察し、以下のように分類した。

(i) Region III (歪速度 $1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) : マイクログリッド中にずれは観察されない (Fig. 8(b)) 一方, KAM マップ中ではコントラストが粒内に分布している (Fig. 11(a)). すなわち, Region III では粒界迂りは生じず, 粒内での転位運動により変形が生じたと考えられる。

(ii) Region III-II の遷移領域 (歪速度 $1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) : Fig. 8(c) に白丸で示した箇所ではマイクログリッドが粒界でずれた様子が観察できる. また KAM 値は粒界近傍で高くなっており, それらは特に粒界迂りが生じた箇所と一致している (Fig. 11(b)). このような粒界を Fig. 11(c) に赤線で示す. これらは粒界迂りに付随して生成した転位が粒界近傍に堆積した様子が KAM マップを用いて観察された結果である。

(iii) Region II (歪速度 $1.0 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$) : この歪速度でも同様に, 粒界でのマイクログリッドのずれが観察される (Fig. 8(d)). 粒界迂りが生じた粒界において KAM 値が高くなる傾向にあるものの, KAM マップのコントラストは前述の Fig. 11(b) と比較して弱まっている (Fig. 11(d), (e)). したがって, 粒界迂りに付随した転位の活動が弱まり, 一方で粒内に方位差を作らない別のメカニズム, すなわち拡散による物質移動が応力集中の緩和に寄与していると考えられる。

4. 考 察

4.1 Region II における変形挙動

1173 K における Region II の最適歪速度は, m 値が最大

となる $1.0 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ であった. ここでの m 値は 0.35 に達しており, 典型的な超塑性材料では巨大伸びが得られるはずだが, 本材料の引張伸びは僅か 8% と超塑性伸びには程遠い値であった。

超塑性変形が継続するためには, 粒界迂りによって生じる応力集中が付随現象により十分に緩和されるか, もしくは結晶粒が応力集中自体を避けつつ移動していく必要がある. 等軸微細粒組織の三次元変形における応力集中の起点は粒界四重点であり, ここでの応力緩和が不足すると材料は破断する. 超塑性変形中には個々の結晶粒が四重点における応力集中を避けるとともに, 付随現象による十分な応力緩和を受けながら移動していくと考えられる. 一方, 本材料のような二次元変形においては粒の移動が面内に制約を受けるため, 三重点での付随現象による応力緩和が不足し早期破断に至ったと考えられる。

しかしながら, ここでは一連の結晶粒スイッチングを捉えることに成功しており (Fig. 10), Ashby-Verrall モデル¹⁵⁾ のような二次元的なスイッチング理論を検証するのに十分な変形量を得ることがわかった. 現在, 著者らは本材料中の二次元的な粒界迂りに対して三重点近傍における応力緩和プロセスについて詳細な観察を行っており, 今後の二次元超塑性変形モデルの実験的検証が得られると期待される。

4.2 歪速度域毎の変形メカニズム

Fig. 11 に示す KAM マップを基に, それぞれの歪速度における変形メカニズム, および粒界迂りとその付随現象について考察を行う。

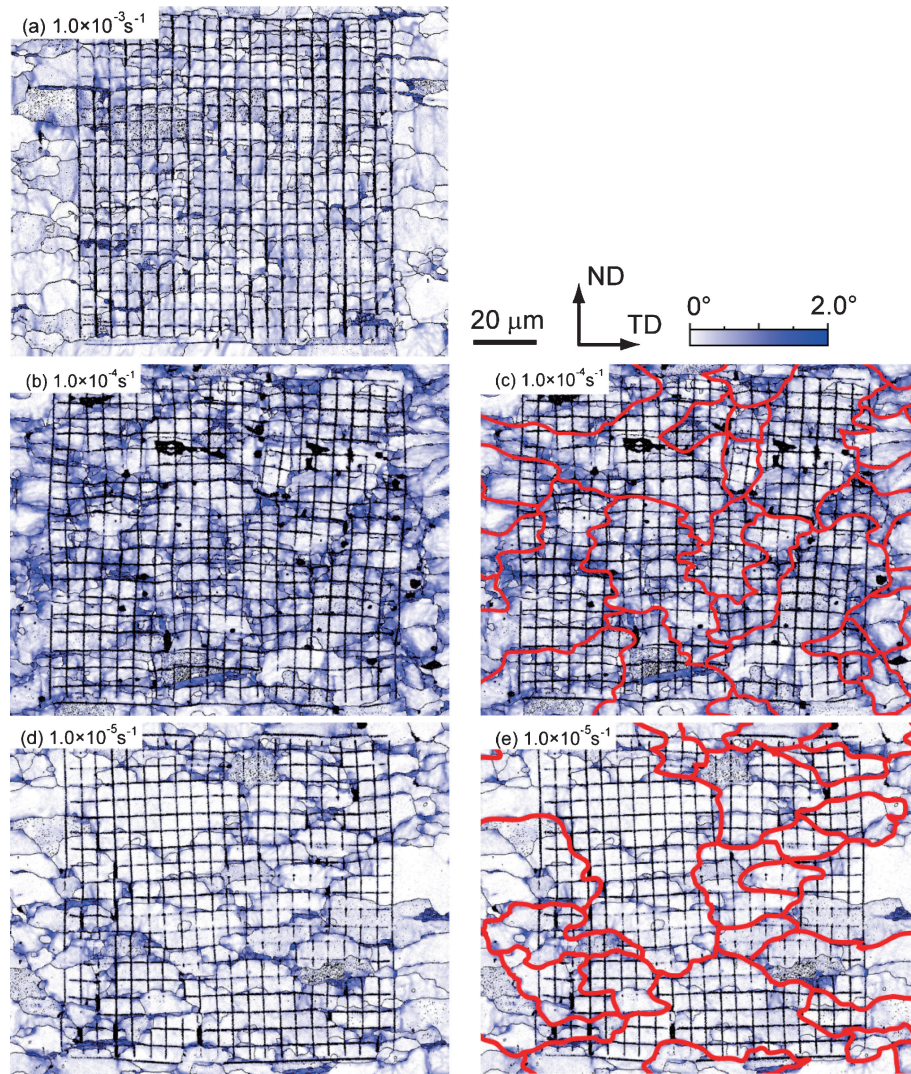


Fig. 11 KAM map in the RD plane after deformation at each strain rate. Intensity of the contrast shows the geometrical necessary dislocation density. Red lines in the figures show grain boundaries which slid. They are clarified by grid observations and located on grain boundaries with strong KAM contrasts. (a) $1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ in region III, (b) (c) $1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ in the transition region between III and II, and (d) (e) $1.0 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ in region II.

Region III ($1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$)において、変形は粒界りではなく個々の粒内における転位のり運動によるものであった。KAM マップ中(Fig. 11(a))では縞状のコントラストが結晶粒内を横断している様子が観察されることから、転位クリープにより粒内がサブグレイン化していることがわかる。これはマイクログリッド(Fig. 8(b))が比較的均一に変形した結果とも一致する。

Region III-IIの遷移領域($1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)においては、転位を伴う粒界りが生じ、活動した転位が粒界に堆積した様子がKAM マップより観察された(Fig. 11(b))。さらにKAM マップをよく見ると、粒界近傍の顕著な転位の堆積に加え、粒内に細かなサブグレインの形成が観察され、転位クリープが変形に寄与していることが伺える。ここでは変形メカニズムが転位クリープから粒界りへと遷移していく過程を示しており、また応力集中の緩和にも転位が寄与していると考えられる。

さらにこの遷移領域において注目すべきは、粒界りおよび転位の堆積が見られたのは一部の粒界のみであった点であ

る。特にそのような粒界は引張方向(TD; 紙面水平)に対して 45° 近く傾斜しており、反対に引張方向に対して平行もしくは垂直に近く剪断応力が小さな粒界では変形が生じていない。すなわち、粒界りが生じなかった結晶粒同士は互いに群となって一緒に移動したことになる。この現象は協調的粒界りと呼ばれ、超塑性変形を理解する上で重要なメカニズムであると考えられている¹⁷⁾。この現象をマイクログリッド(Fig. 8(b))のみで観察するのは困難であるが、KAM マップ(Fig. 11(b), (c))を用いることで比較的容易に観察できた。特に、Fig. 11(c)ではKAMのコントラストによって囲まれた結晶粒群を赤線で示したが、赤線に囲まれた領域が正に協調的粒界りを生じた結晶粒群に対応している。

なお、協調的粒界りに及ぼす粒界性格の影響を議論するために、OIMにより解析可能な $\Sigma 49\text{c}$ までの各対応粒界に関して粒界りの発生の有無を観察した。その結果、対応粒界における粒界りは僅かしか観察されなかったが、材料中に含まれる対応粒界の割合は低く、粒界性格の影響については十分な検証ができなかった。

Region II ($1.0 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$)では粒界迂りに付随して、転位ではなく、結晶格子に歪を残さない他のメカニズムが働いていると述べた。Region IIにおいて転位の活動が鈍化する結果は過去の報告^{1,4,5,7)}とよく一致し、著者らはこのメカニズムを拡散による物質移動だと予想している。今後はさらに微細な表面グリッドを使用することで粒界近傍の物質移動の証拠を観察できるであろうと考えている。また、前述のケースと同様に協調的粒界迂りが確認でき(Fig. 11(e))、この歪速度域においても重要な変形メカニズムであることが伺える。

Region Iについては、長時間試験による試料表面へのダメージが大きく、有力な結果が得られていないため、試験手法の改良など今後のさらなる検討を要する。

5. 結 言

一方向に大きく伸長した結晶粒組織を有する ODS フェライト鋼に対し、結晶粒の伸長方向(RD)と垂直方向に高温引張変形を与えることで生じる二次元的な粒界迂りの直接観察を行った。FIBにより作製した表面マイクログリッドおよびEBSD法により作成したKAMマップの情報を基に、歪速度に応じた変形メカニズムを考察し、以下の結論を得た。

(1) 引張軸(TD)と垂直なNDおよびRDの変形は、高歪速度側ではほぼ等方的であったが、Region IIの最適歪速度においては顕著な異方性を示し、RD方向へは制約を受ける二次元的な変形であった。

(2) Region IIIでは粒界迂りは起こらず、変形は転位の迂り運動によるものであった。

(3) Region III-IIの遷移領域では協調的粒界迂りが観察され、迂った粒界近傍での応力集中は転位により緩和された。

(4) Region IIでは転位の活動が鈍化し、結晶格子に局所方位差を生じさせない転位以外のメカニズムを伴った協調的粒界迂りが観察された。この付随現象は拡散による物質移動

であると予想される。

(5) Region IIにおいてAshby-Verrall型の二次元的な結晶粒スイッチングが観察された。

本研究を遂行するにあたって使用したFIB装置は、文部科学省委託事業ナノテクノロジープラットフォーム(プロジェクト番号 12024046)の支援を受けたものであることを記し、これに謝意を表する。

文 献

- 1) C. E. Pearson: *J. Inst. Metals* **54**(1934) 111-124.
- 2) E. Sato, S. Sawai, K. Uesugi, T. Takami, K. Furukawa, M. Kamada and M. Kondo: *Mater. Sci. Forum* **551-552**(2007) 43-48.
- 3) K. Matsuki, Y. Ueno and M. Yamada: *J. Japan Inst. Metals* **38**(1974) 1136-1144.
- 4) M. A. Rust and R. I. Todd: *Mater. Sci. Forum* **551-552**(2007) 615-620.
- 5) K. Sotoudeh and P. S. Bate: *Acta Mater.* **58**(2010) 1909-1920.
- 6) K. Matsuki, H. Morita, M. Yamada and Y. Murakami: *Met. Sci.* **11**(1977) 156-163.
- 7) M. A. Rust and R. I. Todd: *Acta Mater.* **59**(2011) 5159-5170.
- 8) S. Ukai, M. Harada, H. Okada, M. Inoue, S. Nomura, S. Shikakura, K. Asabe, T. Nishida and M. Fujiwara: *J. Nucl. Mater.* **204**(1993) 65-73.
- 9) S. Ukai, T. Okuda, M. Fujiwara, T. Kobayashi, S. Mizuta and H. Nakashima: *J. Nucl. Sci. Technol.* **39**(2002) 872-879.
- 10) Y. Sugino, S. Ukai, B. Leng, Q. Tang, S. Hayashi, T. Kaito and S. Ohtsuka: *ISIJ Int.* **51**(2011) 982-986.
- 11) H. Sakasegawa, S. Ohtsuka, S. Ukai, H. Tanigawa, M. Fujiwara, F. Ogiwara and A. Kohyama: *Fusion Eng. Design* **81**(2006) 1013-1018.
- 12) S. Taniguchi, N. Kawai and E. Sato: *Mater. Sci. Forum* **735**(2013) 79-83.
- 13) W. A. Backofen, I. R. Turner and D. H. Avery: *Am. Soc. Met.* **57**(1964) 980-990.
- 14) D. L. Holt and W. A. Backofen: *Trans. Am. Soc. Met.* **59**(1966) 755-768.
- 15) M. F. Ashby and R. A. Verrall: *Acta Metall.* **21**(1973) 149-163.
- 16) M. Kamaya: *Ultramicroscopy* **111**(2011) 1189-1199.
- 17) R. Raj and M. F. Ashby: *Metall. Trans.* **2**(1971) 1113-1127.