

2022年 2月 24日

機械工学専攻	学籍番号	第 179101 号	指導教員	戸高 義一
氏名	佐藤 宏和			三浦 博己

## 論文内容の要旨 (博士)

博士学位論文名	転位挙動制御された結晶金属の塑性加工に伴う微細組織形成に関する研究
---------	-----------------------------------

(要旨 1,200 字程度)

金属材料の諸特性の向上を目的とした結晶粒の微細化に関する研究が注目されている。結晶粒の微細化は塑性変形によって試料内に転位を蓄積させ、転位セル壁の形成/高角化を生じさせることで達成される。従って、試料中での転位の挙動と微細組織形成は密接に関係しており、結晶粒径の制御を行う上でこれらの理解は重要となる。様々な転位挙動がある中で、本研究では加工条件や材料物性、水素と格子欠陥との相互作用によって制御可能な転位の移動方向や転位の交差すべりの頻度、転位の導入量に着目した。これらの転位挙動を単一もしくは複合的に制御し、微細組織形成に与える転位挙動の影響を明らかにすることを目的とした。

転位の移動方向が微細組織形成に及ぼす影響を調査するために、純 Fe に対して正のひずみを付与し続ける m-HPT と正と負のひずみを交互に付与する c-HPT を行い、得られる最小の結晶粒径  $d_{ss}$  についての比較を行なった。m-HPT では一定の  $d_{ss}$  を示したが、c-HPT ではひずみの導入方向を反転させるまでに導入するひずみ量  $|\pm \Delta \epsilon|$  が小さくなるに従い、 $d_{ss}$  は粗大となった。c-HPT では粒内で活動する転位が減少し、形成される転位セル壁の方位差が小さくなることで、転位の移動方向の反転に起因して転位セル壁の分解が生じやすくなることを明らかにした。従って、c-HPT における  $d_{ss}$  の  $|\pm \Delta \epsilon|$  依存性は、 $|\pm \Delta \epsilon|$  の減少に伴う粒内で活動する転位の本数の減少に起因していると考えられる。

転位の交差すべりの頻度と転位の導入量が微細組織形成に及ぼす影響を調査するために、化学組成毎に積層欠陥エネルギーや流動応力が異なる Ni-Fe 合金に対して m-HPT を行なった。交差すべりの頻度が低下、もしくは転位の導入量が増加する Ni-Fe 合金ほど  $d_{ss}$  が微細となった。転位の移動方向の要素を加えた複合的な効果が微細組織形成に及ぼす影響を調査するために、Ni-Fe 合金に対して c-HPT を行なった。純 Fe と同様に  $|\pm \Delta \epsilon|$  が小さくなることで、Ni-Fe 合金の  $d_{ss}$  は粗大となった。c-HPT においても、 $d_{ss}$  に対する転位の導入量の影響は認められたが、転位の交差すべりの頻度の影響は小さくなった。これは、c-HPT では転位は往復運動であり、個々の転位の移動範囲が m-HPT と比較して限定的となるため、交差すべりを必要とする障害物に遭遇する頻度が低くなったことに起因すると考えられる。

純 Fe に水素チャージを行い、水素と格子欠陥との相互作用による転位挙動の変化が微細組織形成に及ぼす影響を調査した。水素チャージ後に m-HPT した試料は未チャージの試料よりも微細な結晶粒を示した。この結晶粒微細化促進効果は水素による遮蔽効果と水素-空孔クラスターの形成によって、多くの転位が導入されたことに起因する。水素チャージ後に c-HPT した試料は、未チャージの試料より微細な  $d_{ss}$  であったが、純 Fe と同様に  $|\pm \Delta \epsilon|$  が小さくなることで  $d_{ss}$  は粗大となった。

純金属であり結晶構造の異なる純 Fe (BCC 構造) と純 Ni (FCC 構造) と合金であり Fe 含有量によって材料物性の異なる複数種の Ni-Fe 合金を供試材として調査を行うことで以下の結論を得た。転位の移動方向が反転する場合、 $d_{ss}$  は  $|\pm \Delta \epsilon|$  の減少によって粗大になる傾向にあり、結晶構造や材料物性に依存しない現象と考えられる。従って、いかなる結晶金属が対象であっても、結晶粒の微細化を目的とした加工の場合、 $|\pm \Delta \epsilon|$  が大きな加工を用いる必要がある。また、材料物性が転位挙動に与える影響を理解することで、結晶粒径の制御に利用することができる。一方で複数の転位挙動が同時に変化する場合、単一の転位挙動が微細組織形成に与える影響の大きさは変化するため、単一かつ複合的な影響について配慮する必要がある。これらの知見は加工による組織制御を行う上で重要な指標になると考えられる。

Date of Submission (month day, year) : February 24, 2022

Department of Mechanical Engineering	Student ID Number D179101	Supervisors Yoshikazu Todaka Hiromi Miura
Applicant's name Hirokazu Sato		

## Abstract (Doctor)

Title of Thesis	Study on microstructure development during plastic deformation in crystalline metals with controlled dislocation behavior
-----------------	--

Approx. 800 words

Research on grain refinement for improving the properties of metallic materials has been attracting attention. The grain refinement is achieved by accumulating dislocations in a sample through plastic deformation, which results in the formation and development of dislocation cell walls. Therefore, the dislocation behaviors in a sample are closely related to the microstructure development, and understanding these relationships is important for controlling grain size. While there are various dislocation behaviors, in this study, we focus on the direction of dislocation movement, the frequency of dislocation cross-slip, and the amount of dislocation introduction, which can be controlled by the processing conditions, physical properties, and the interaction between H and lattice defects. The purpose of this study was to control these dislocation behaviors singly or multiply, and to clarify the effect of dislocation behaviors on microstructure development.

To investigate the effect of the direction of dislocation movement on the microstructure development, m-HPT with continuous positive strain and c-HPT with alternating positive and negative strain were applied to pure Fe, and a minimum  $d_{ss}$  at which the microstructure development is in steady-state were compared. In the m-HPT, the  $d_{ss}$  was constant. In the c-HPT, the  $d_{ss}$  became coarser due to the decrease in the strain amount during one-pass  $|\pm\Delta\varepsilon|$ . In the c-HPT, the one-pass is defined the process until the direction of strain introduction is changed. As the number of active dislocations in the grains decreases and the misorientation of the dislocation cell walls formed becomes smaller, the dislocation cell walls are more likely to decompose caused by the inversion of the dislocation migration direction. Therefore, the  $|\pm\Delta\varepsilon|$  dependence of  $d_{ss}$  in c-HPT can be attributed to the decrease in the number of active dislocations in the grain with decreasing  $|\pm\Delta\varepsilon|$ .

To investigate the effect of the frequency of dislocation cross-slip and the amount of dislocation introduction on the microstructure development, the m-HPT was applied to the Ni-Fe alloys whose dislocation behavior varies with Fe content. The  $d_{ss}$  of Ni-Fe alloys became finer with increasing Fe content. This is caused by a decrease in the frequency of dislocation cross-slip and an increase in the amount of dislocation introduced.

To investigate the combined effect of multiple dislocation behaviors, the c-HPT was applied to the Ni-Fe alloys. As  $|\pm\Delta\varepsilon|$  decreased, the  $d_{ss}$  of Ni-Fe alloys became coarser, which was similar to the trend of pure Fe. In the c-HPT, the effect of the amount of dislocation introduction on  $d_{ss}$  was recognized while the effect of the frequency of dislocation cross-slip was smaller comparing with the m-HPT. In c-HPT, the dislocation movement is reciprocation, and the range of movement of individual dislocation is more limited than in m-HPT. Therefore, it is assumed that the frequency of encountering obstacles that require cross-sliding is reduced, which lead to a reduction in the effects of cross-slip.

The effect of the change in dislocation behavior due to the interaction between H and lattice defect on the microstructure development was investigated by charging H to pure Fe. In the

m-HPT, H-charged sample showed finer  $d_{ss}$  comparing with non-charged sample. The promotion effect of H on grain refinement is attributed to the increased amount of dislocation introduced by the shielding effect of H atoms and the formation of vacancy-H clusters. In the c-HPT, the  $d_{ss}$  of H-charged sample was also finer than comparing with the non-charged sample. As  $|\pm\Delta\varepsilon|$  decreased, the  $d_{ss}$  of H-charged sample became coarser, which was similar to the trend of pure Fe. Therefore, for microstructure development, it is presumable that the change in dislocation behavior caused by the interaction between H and lattice defect and the effect of the direction of dislocation movement are compatible.

The tendency for  $d_{ss}$  to become coarser as  $|\pm\Delta\varepsilon|$  decreases was recognized in each sample, and it is suggested to be an essential phenomenon that does not depend on the crystal structure or physical properties. Therefore, for the purpose of grain refinement, it is recommended to use a deformation process with large  $|\pm\Delta\varepsilon|$ . Understanding the effect of physical properties on dislocation behavior can be applied to microstructure control. However, the magnitude of the effect of a single dislocation on microstructure development is different when multiple dislocation behaviors are in conflict. Therefore, the effect of multiple dislocation behavior must be taken into account. These findings are important indicators for microstructure control by deformation process.