

平成 30 年 6 月 12 日現在

機関番号：17102

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2015～2017

課題番号：15K06489

研究課題名(和文) マルチスケール逐次マーキング法の構築による局所塑性ひずみの多視点評価法の確立

研究課題名(英文) The establishment of a estimating method of plastic strain distribution due to construction of multi-scale marking

研究代表者

森川 龍哉 (Morikawa, Tatsuya)

九州大学・工学研究院・助教

研究者番号：00274506

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,800,000円

研究成果の概要(和文)：これまで使用してきた電子線リソグラフィを活用した微細マーキング法に加えて、集束イオンビームによるマーキング法を模索し、ビーム電圧や電流といった各種条件の最適値を得て、300nm程度の間隔でのドットマーキングを可能とした。これらのマーキング法を、実用鋼のうちフェライトやマルテンサイト、ベイナイトといった内部組織の大きく異なる相を複合させた複合組織鋼に適用し、引張変形に伴う各相内部の塑性ひずみ分布を見積もることに成功した。その結果、メソスコピックなスケールでの塑性変形の不均一性を可視化させることができ、硬相による塑性変形拘束のため軟相での局所ひずみが増大する傾向をより微細な領域において明らかにした。

研究成果の概要(英文)：In addition to the precise marker method using electron beam lithography, searching for a new marking method with a focused ion beam, we have been obtained appropriate values of various conditions such as beam voltage and current, it has been possible to draw the markers in spacing of about 300nm. The marker methods have applied to multi-phase steels composed of complex phase such as ferrite, martensite, bainite, which have different microstructures. It has been obtained that plastic strain distribution in each phase due to tensile deformation. As a result, it has been possible to visualize the inhomogeneity of plastic deformation of mesoscopic scale. Moreover, the tendency of increase of local strain of soft phase due to constraint by hard phase was clarified.

研究分野：材料物性学

キーワード：塑性変形 力学物性

### 1. 研究開始当初の背景

構造用金属材料の評価は弾性限や強度等の定量的な力学特性に基づき、それらの数値により構造体設計が行われるが、衝突による車両破壊や地震による建造物倒壊から人命を守るという観点から、変形抵抗の増加率や変形限界を越えた状態での壊れ難さ等の動的な材料特性の向上が急務である。金属材料は結晶粒微細化や母相への硬質相の分散等の内部組織制御で強化が図られ、これは材料内部を不均一とすることで変形中の結晶内部に不均一変形状態をもたらし、ひずみの勾配が生じる強化原理に基づく。しかし、結晶中のひずみ勾配の増加は材料強化に効果的であると共に、それが過剰になると破壊の起点を形成させることとなる。これらの内部組織状態を塑性ひずみ分布として可視化できれば、新たな構造用材料の開発に大きく寄与すると思われる。

### 2. 研究の目的

本研究では、材料強化に直結するマクロな不均一変形挙動と、ナノスケールオーダーの局所領域における破壊起点形成を同時に捉えるマルチスケールマーキング法を提案する。これを実現させることで、複相材料を構成する各相における塑性ひずみ分布を可視化させ、材料変形挙動を統括的に理解する。

### 3. 研究の方法

#### (1) 材料選択

実用鋼のうちフェライトやマルテンサイト、ベイナイトといった内部組織の大きく異なる相を複合させた複合組織鋼をターゲットとし、供試材とする組成、各相分率を決定する。

#### (2) 塑性ひずみ測定法の確立

微細マーキーを作製するプロセスの検討を進め、電子線リソグラフィを用いたマーキング手法の精緻化とともに集束イオンビーム法を用いたカーボンデポジションのためのビーム電圧や電流といった各種条件の最適値を得る。

#### (3) 力学試験法

通常の引張試験と走査電子顕微鏡内でのその場引張試験のそれぞれについて試験片サイズを決定し応力ひずみ応答を実測する。

#### (4) マーキー変位の実測

走査電子顕微鏡を用いて逐次的に引張変形させた試験片表面のマーキーの変位を実測して相当塑性ひずみを算出しその分布を示す。

#### (5) 材料の塑性変形挙動の考察

得られた巨視的な応力ひずみ応答およびマーキー法による塑性ひずみ分布を基に、複相材料特有の塑性変形挙動をまとめる。

### 4. 研究成果

図1に電子線リソグラフィによるマーキング例を示す。マーキー間隔を500nm程度まで

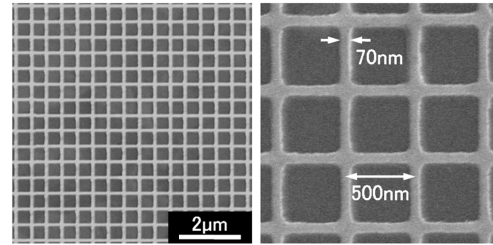


図1 電子線リソグラフィによるマーキング例

微細化することに成功し、5 - 10 ミクロン程度の結晶粒内部の不均一塑性変形の様相をマーキーの変位として捉えることが可能となった。

図2は、供試材の1つとして用いたフェライト-50%マルテンサイト鋼を引張変形させた際の、試料表面のマーキーの変位により算出した相当塑性ひずみ分布図の一例である。左図は変形初期(ひずみ0.03)、右図は変形後期(ひずみ0.26)での変形の様相をそれぞれ示す。塑性ひずみはまず、フェライトとマルテンサイトの界面近傍で大きくなり、変形が進むと、ひずみの大きな領域が帯状に連結し、引張荷重方向に対してほぼ45度の角度を成して伸びている様子がわかる。この例に限らず、塑性ひずみは多くの材料で帯状の集中域を呈し、荷重負荷方向に対して傾いて伸びる傾向のあることが明らかとなった。このことは、複相組織の界面や結晶粒界が変形の最初の起点となり、その箇所ではひずみが増大し続けるが、それと同時に、試料座標系の特定の方向にひずみ発生・増大域が拡大していくという、不均一塑性変形の典型的な1つのパターンを見出したことになる。これは、今後の構造用材料の設計において、大きな開

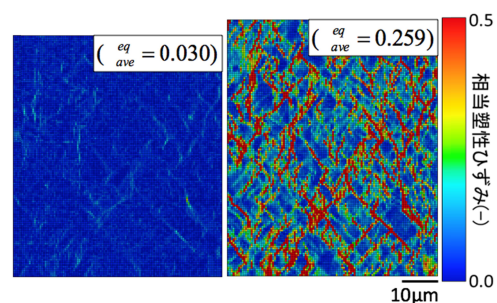


図2 マーキーの変位から算出した相当塑性ひずみ分布図の一例

発指針の1つになると考えられる。

当初は微細マーキング法によってメゾスコピックな変形の不均一性を定量化することが目的だったが、塑性ひずみの不均一性の把握に加えて、中性子回折により求められた各相の応力ひずみ関係を元にして、ひずみに加えて内部応力を可視化することに成功した(図3)。図中の黒枠で囲まれた領域がマルテンサイトに対応しており、外部からの負荷

の多くは硬質相であるマルテンサイトに担われていることが明らかとなった。このことは、材料のマクロな力学特性が内部組織に応じてどのように発現するのかということについて多くの示唆を与える。

図4は集束イオンビーム法によるマーキング

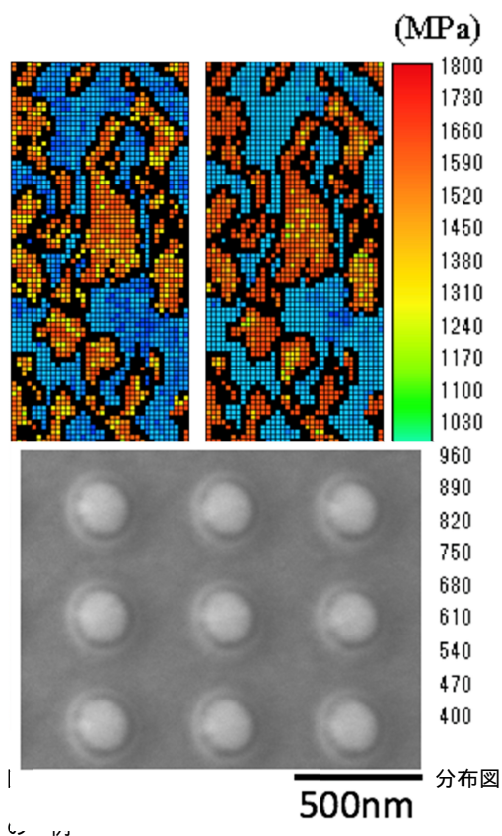


図4 集束イオンビーム法によるマーキング例

グ例を示す。この例では500nm間隔のドットマーカが描かれておりドットの間隔をさらに微細にすることが可能であった。電子線リソグラフィによる矩形のマーカと集束イオンビーム法によるドットマーカを組み合わせたマーキング手法の一例を図5に示す。図中で割れが生じている箇所はマルテンサイトとフェライトの界面に対応しており、大きな変形を与えるとそれらの箇所のひずみが臨界値を超えて破壊の起点となり得ることが示された。

以上のひずみ分布解析と、SEM-EBSD法による局所結晶方位および相判定観察を組み合わせることで、マルテンサイトやベイナイトといった硬相に接するフェライト相では、硬相による塑性変形拘束のため局所ひずみが増大する傾向を一部の試験条件において見出すことができた。また、引張変形中に強化相であるマルテンサイトに変態した領域の周辺のオーステナイトとフェライトの各相でも、初期状態で硬相を持つ材料と同様の傾向が現れ、局所ひずみの不均一性の増大することが明らかとなった。

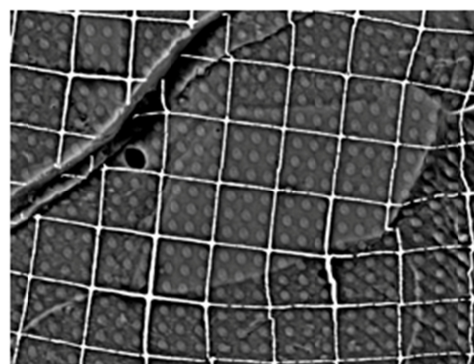


図5 2種類のマーキング法を併用して変形様相を捉

えた一例

## 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

〔雑誌論文〕(計9件)

[1]Fe-Cr-Mn-Ni および Fe-Cr-Mn-N を主成分とする準安定二相ステンレス鋼の引張特性におよぼす加工誘起マルテンサイトの影響, 藤澤光幸, 間内良太, 森川龍哉, 田中將己, 東田賢二, 鉄と鋼(Tetsu-to-Hagane), Vol.100, No.9, (2014), pp.1140-1149, 査読有。

[2]準安定 Cr-Mn-N 二相ステンレス鋼の引張特性と局所塑性ひずみ分布, 藤澤光幸, 間内良太, 森川龍哉, 田中將己, 東田賢二, 鉄と鋼(Tetsu-to-Hagane), Vol.102, No.7, (2016), pp.405-414, 査読有。

[3] シンクロ型 LPSO 構造の力学的性質とキンク変形挙動, 萩原幸司, 森川龍哉, 東田賢二, 金属, Vol.86, No.6, (2016), pp.472-479, 査読有。

[4]Strain Hardening and Plastic Instability of Dual-Phase Steels for Strain Based Design, Kyono Yasuda, Hitoshi Sueyoshi, Nobuyuki Ishikawa, Tatsuya Morikawa and Kenji Higashida, Proceedings of the Twenty-fifth (2015) International Ocean and Polar Engineering Conference, pp.21-26. (2015), 査読無。

[5]Microscopic deformation and strain hardening analysis of ferrite-bainite dual-phase steels using micro-grid method, Nobuyuki Ishikawa, Kyono Yasuda, Hitoshi Sueyoshi, Shigeru Endo, Hiroshi Ikeda, Tatsuya Morikawa, Kenji Higashida, Acta Materialia, Vol.97, pp.257-268, (2015), 査読有。

[6]Analysis of kink boundaries in deformed synchronized long-period stacking ordered magnesium alloys, Hongye Gao, Ken-ichi Ikeda, Tatsuya Morikawa, Kenji Higashida, Hideharu Nakashima, Materials Letters, Vol.146, pp.30-33, (2015), 査読有。

[7]3D crystal orientation analysis of

heterogeneous deformation structure in cold-rolled Ti-IF steel and its primary recrystallization behavior, Masaaki Sugiyama, Ken Kimura, Seiki Takebayashi, Kousaku Ushioda, Tatsuya Morikawa and Kenji Higashida, Proc. of 36th Riso Int. Symp. on Materials Science, Roskilde, Denmark, pp.461-467, (2015), 査読無 .

[8] Recrystallization Texture and Shear Band Formation in Bending, Hiroshi Kaneko, Tatsuya Morikawa, Masaki Tanaka, Hirofumi Inoue and Kenji Higashida, Material Transaction, Vol.58, No.2, pp.218-224, (2017), 査読有 .

[9] Evolution of Heterogeneous Deformation Microstructures during Cold Rolling of Poly-crystalline Ti-added Ultra Low Carbon Steel

Genki Tsukamoto, Tatsuya Morikawa, Kenji Higashida, Ken Kimura and Kousaku Ushioda, International ISIJ, vol.57, No.8, pp.1476-1483, (2017), 査読有 .

〔学会発表〕(計 30 件)

[1]中村直人,微細マーカー法を用いたマルテンサイト変態による局所ひずみの解析,平成 27 年度日本鉄鋼協会・日本金属学会・軽金属学会九州支部合同学術講演大会, 2015 .

[2]森藤優,微細マーカー法によるベイナイト-島状マルテンサイト複合組織鋼の不均一変形挙動の観察,平成 27 年度日本鉄鋼協会・日本金属学会・軽金属学会九州支部合同学術講演大会, 2015 .

[3]福田研介,冷間圧延した Ti 添加極低炭素鋼における変形微視組織の同一領域観察,日本鉄鋼協会第 170 回秋季講演大会, 2015 .

[4]今道亮平,合金化溶融亜鉛めっき鋼板におけるめっき層の破壊様相,日本鉄鋼協会第 170 回秋季講演大会, 2015 .

[5]東田賢二,マーカー法を使った単相・複相組織鋼の変形挙動解析,日本鉄鋼協会鉄鋼インフォマティクス研究会, 2015 .

[6]中村直人,微細マーカー法を用いたマルテンサイト変態による局所ひずみの解析,日本鉄鋼協会第 170 回秋季講演大会, 2015 .

[7]森川龍哉,BCC 系鋼板における冷延変形微視組織の発達,日本金属学会第 5 回結晶と組織の配向制御による材料高性能化研究会, 2015 .

[8]今道亮平,合金化溶融亜鉛めっき鋼板におけるめっき層の破壊様相,第 57 回日本顕微鏡学会九州支部学術講演会, 2015 .

[9]中村直人,微細マーカー法を用いたマルテンサイト変態による局所ひずみの解析,第 57 回日本顕微鏡学会九州支部学術講演会, 2015 .

[10]T.Morikawa, Plastic Strain Distribution around Kink Bands in LPSO Type Mg Alloys, The International Conference "Advanced Materials Week – 2015", 2015.

[11]K.Higashida, Inhomogeneities in deformation microstructures in metals, The International Conference "Advanced Materials Week – 2015", 2015.

[12]K.Higashida, Deformation behaviors and strengthening mechanism on a Mg-based synchronized LPSO structure, The 10th International Conference on Magnesium Alloys and Their Applications (Mg-2015), 2015.

[13]T.Morikawa, Distribution of Plastic Strain around Kink Bands in LPSO Mg Alloy, The 10th International Conference on Magnesium Alloys and Their Applications (Mg-2015), 2015.

[14]加藤遼馬, Mg-6at.%Zn-9at.%Y 一方向凝固材におけるキंक変形組織の 3 次元観察, 平成 28 年度日本鉄鋼協会・日本金属学会・軽金属学会九州支部合同学術講演大会, 2016 .

[15]徳永真吾,冷間圧延された Fe-3%Al 双結晶における結晶方位分布および変形組織の発達, 平成 28 年度日本鉄鋼協会・日本金属学会・軽金属学会九州支部合同学術講演大会, 2016 .

[16]中村直人, Fe-Ni 合金のマルテンサイト変態に伴う局所ひずみの発生, 日本鉄鋼協会第 172 回秋季講演大会, 2016 .

[17]徳永真吾,冷間圧延された Fe-3%Al 双結晶における変形組織の発達と結晶方位分布, 日本鉄鋼協会第 172 回秋季講演大会, 2016 .

[18]加藤遼馬, Mg-Zn-Y 合金に形成したキंक変形組織の 3 次元観察とひずみ分布解析, 日本金属学会 2016 年秋期大会(第 159 回), 2016 .

[19]東田賢二, シンクロ型 LPSO 構造のキंक変形ダイナミクスと強化機構, 日本金属学会 2016 年秋期大会(第 159 回), 2016 .

[20]森川龍哉,冷延された Ti 添加極低炭素鋼における変形微視組織の発達と結晶方位分布, 日本金属学会第 6 回結晶と組織の配向制御による材料高性能化研究会, 2016 .

[21]中村直人, Fe-Ni 合金におけるマルテンサイト変態後の局所ひずみ分布解析, 第 58 回日本顕微鏡学会九州支部学術講演会, 2016 .

[22]T.Morikawa, Evolution of deformation microstructures in cold-rolled ferritic steel, International Conference on PROCESSING & MANUFACTURING OF ADVANCED MATERIALS Processing, Fabrication, Properties, Applications (THERMEC'2016), 2016.

[23]T. Morikawa, Plastic Strain Distribution around Kink Bands in LPSO Mg Alloy, The 9th Pacific Rim International Conference on Advanced Materials and Processing (PRICM9), 2016.

[24]T. Morikawa, Plastic strain

distribution around king bands in Mg alloys with LPSO phase, The 3rd International Symposium on Long-Period Stacking Ordered Structure and Its Related Materials(LPSO2016), 2016.

[25]R. Kato, Formation of kink bands in a Mg-6at.%Zn-9at.%Y alloy, The 3rd International Symposium on Long-Period Stacking Ordered Structure and Its Related Materials(LPSO2016), 2016.

[26]奥山彫夢, 軟質な第二相粒子が分散する合金の転位蓄積と加工硬化の結晶塑性解析, 平成 29 年度日本金属学会日本鉄鋼協会軽金属学会九州支部合同学術講演会, 2017.

[27]徳永真吾, 冷間圧延された Fe-3%Al 双結晶における不均一変形組織の発達と結晶方位分布, 日本鉄鋼協会第 174 回秋季講演大会, 2017.

[28]加藤遼馬, Fe-Ni 合金のマルテンサイト変態で生じた局所ひずみ分布に及ぼす水素の影響, 日本鉄鋼協会第 174 回秋季講演大会, 2017.

[29]森川龍哉, BCC 鉄系合金における圧延変形微視組織の形成と優先結晶方位の発達, 第 1 回金属・無機・有機材料の結晶方位解析と応用技術研究会, 2017.

[30]加藤遼馬, Fe-Ni 合金のマルテンサイト変態で生じた局所ひずみ分布に及ぼす水素の影響, 日本顕微鏡学会第 60 回記念シンポジウム, 2017.

〔図書〕(計 0 件)

〔産業財産権〕

出願状況(計 0 件)

名称：  
発明者：  
権利者：  
種類：  
番号：  
出願年月日：  
国内外の別：

取得状況(計 0 件)

名称：  
発明者：  
権利者：  
種類：  
番号：  
取得年月日：  
国内外の別：

〔その他〕  
ホームページ等

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

森川龍哉 (MORIKAWA, Tatsuya)  
九州大学・大学院工学研究院・助教  
研究者番号：00274506

### (2) 研究分担者

田中將己 (TANAKA, Masaki)  
九州大学・大学院工学研究院・准教授  
研究者番号：40452809

### (3) 研究分担者

東田賢二 (HIGASHIDA, Kenji)  
佐世保工業高等専門学校・校長  
研究者番号：70156561