

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和 5 年 6 月 27 日現在

機関番号：14301

研究種目：研究活動スタート支援

研究期間：2021～2022

課題番号：21K20401

研究課題名（和文）構造材料におけるセレーション挙動の解明

研究課題名（英文）Revealing the nature of serration behavior in structural metallic materials

研究代表者

黄 錫永（Hwang, Sukyoung）

京都大学・工学研究科・特定助教

研究者番号：90910927

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 2,300,000円

研究成果の概要（和文）：セレーションは、引張変形中起こる可動転位と炭素などの溶質原子の「動的な相互作用」から起因する現象として知られているが、これまでのセレーションに関する研究は主に試験片の除荷後に行われ、「引張変形中のリアルタイムの評価」は出来てなかった。そこで、申請者は、DIC法を用いた局所変形解析と放射光X線回折を高Mn鋼の引張変形中にリアルタイムで適用することにより、試験片中のPLCバンディングが応力ひずみ曲線上のセレーションと完全に対応することを解明した。さらにPLCバンド内外の転位の平均速度を算出し、炭素の拡散速度と比較することで、マクロなPLCバンドとミクロなPLC効果を結びつける理論を構築した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

高Mn鋼は金属材料の中でも非常に加工硬化能が高く、高強度と高延性を兼ね備えることから次世代構造材料として注目されている。一部の高Mn鋼では、その引張挙動を示す応力-ひずみ曲線上にセレーションと呼ばれる鋸歯状の応力振動が見られる。しかしながら、セレーションに関する研究においては、ミクロな現象とマクロな現象の理解が進まなかったため、そのメカニズムは不明だった。本研究では、高Mn鋼のセレーション挙動をデジタル画像相関法および、TEM観察を通じてあらゆるスケールで解析する。本研究で得られる知見は、高強度と高延性・靱性を兼ね備える金属材料を材料力学の観点から設計する上での指針になると期待される。

研究成果の概要（英文）：Serration is known to be caused by the dynamic interaction between solute atoms such as carbon and mobile dislocations during tensile deformation. However, studies on serration have been conducted mainly after specimen unloading, and real-time evaluation during tensile deformation has not been studied. Therefore, the applicant applied local deformation analysis using the DIC method and synchrotron X-ray diffraction in real time during tensile deformation of high-Mn steel, and clarified that the PLC banding in the specimen perfectly corresponds to the serration on the stress-strain curve. Furthermore, by calculating the average velocity of dislocations inside and outside the PLC band and comparing it to the diffusion velocity of carbon, a theory linking the macroscopic PLC banding to the microscopic PLC effect was developed.

研究分野：材料工学

キーワード：不均一変形 Portevin-Le Chatelier 効果 デジタル画像相関法 その場X線測定 加工硬化現象

## 様式 C-19、F-19-1、Z-19（共通）

### 1. 研究開始当初の背景

一般的な炭素鋼を用いて 300° C 付近で引張試験を行うと、応力-ひずみ曲線上にはセレーションと知られている鋸歯状の応力変動が現れるとともに、材料の延性と靱性が低下し脆くなる、いわゆる「清熱脆性」が起こる。これは、動的ひずみ時効（DSA : Dynamic Strain Aging）または Portevin-le Chatelier (PLC) 効果と呼ばれる結晶中の可動転位と炭素などの溶質原子の相互作用によるものとされているが、詳細なメカニズムは明らかになっていない。一方、室温ではセレーションが確認されない高 Mn 鋼においても、合金中の炭素組成を増加させたり変形温度を変えることによりセレーションが現れ、さらに強度と延性が上昇することが報告された。高 Mn 鋼に限らず、変態誘起塑性鋼や Al-Mg 合金など高い加工硬化率を有する金属材料においても、セレーションが現れるように組成や変形温度を変化させると、さらに強度と延性が上昇する。従って、従来の一般的な炭素鋼における合金設計では避けるべきだったセレーション挙動を、加工硬化率が既に高い材料に発現させると力学特性がさらに向上することが期待される。しかしながら、セレーションと加工硬化との関係性は何なのか、またセレーションが生じる根本的な原因は不明であった。近年、引張変形中の高 Mn 鋼に対し赤外線放射温度計を用いた局所温度解析を適用することにより、試験片中に PLC バンドと呼ばれる、より高い温度を有する局所変形帯の伝播が繰り返し生じることが確認された。しかしながら、マクロな PLC バンドの伝播による、欠陥密度などのマイクロ組織の定量評価までは至っていない。また、今までの研究は、セレーションが発生する材料の組成や変形温度などのいわゆる変形変数に主眼が置かれており、セレーションのメカニズムや機械的特性に対する寄与については、ほとんど議論されていないのが現状である。これは、セレーション挙動がマクロスケールでは PLC バンドと呼ばれる不均一変形帯の伝播による応力応答であると同時に、PLC バンドは可動転位と溶質原子のマイクロスケールの相互作用の結果であり、非常に複雑な現象だからである。

本研究では、高 Mn 鋼のセレーション挙動をデジタル画像相関法による局所変形の定量化および、(S)TEM 観察を通じてマイクロからマクロまでのあらゆるスケールで解析を行った。本研究で得られる知見は高 Mn 鋼に限らず、高強度と高延性・靱性を兼ね備える金属材料を材料力学の観点から設計する上でのガイドラインになると期待される。

### 2. 研究の目的

これまでのセレーションに関する研究は、マクロなセレーションとナノスケールにおける DSA 効果が別々に研究されており、両者を繋ぐ理解までは至ってなかった。申請者は、セレーション挙動が試験片に生じる PLC バンドの形成・伝播・消滅に対応することを証明した。この知見を基に、DSA 効果というナノスケールでの転位と炭素との動的相互作用まで順次拡張して解き明かして行くことで、セレーション挙動と DSA 効果の統一的な理解が、世界で初めて達成されると期待される。本研究では、引張変形中 PLC バンドとして特徴付けられるマクロ不均一変形帯の力学特性への役割を明らかにした上で、可動転位と溶質原子の相互作用というマイクロスケールの解析を行い、セレーションの本質をあらゆるスケールで解明する。まず、マクロスケールにおいて、セレーションを示す高 Mn 鋼を用い、マクロスケールで局所的な PLC 効果の解析を行うことで、試験片全体の加工硬化の素過程を解明する。次に、PLC 効果と知られている結晶中の可動転位と炭素の相互作用の詳細なメカニズムを解明する。それらとマクロな PLC バンドを総括して理解することにより、セレーション挙動の本質を明らかにする。

### 3. 研究の方法

試料として Fe-22Mn-0.6C (wt. %) を用いた。冷間圧延と焼鈍を 4 回繰り返すことで、平均結晶粒径  $2.0 \mu\text{m}$  の完全再結晶組織が得られた。室温での機械的特性を初期ひずみ速度  $8.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  の一軸引張試験で評価し、引張試験中に熱画像カメラを適用して試験片中の局所温度分布を定量化した。放射光施設 (SPring-8, BL46XU) での引張試験中に DIC 法と放射光 X 線回折を同時に適用し、PLC バンドの運動とともに局所ひずみ速度および転位密度を評価した。さらに、引張試験中その場 TEM 観察を行うことで、転位すべりの挙動をリアルタイムで調査した。引張試験中にデジタル画像相関 (DIC : Digital Image Correlation) 法と放射光 X 線回折を同時に用いて、PLC バンドの内外の局所ひずみ速度分布および転位密度を定量化する。転位論によると、塑性ひずみの増加は転位が動いた距離で律速されるため、PLC バンドの内外の転位速度 (転位の運動距離の時間微分値) が比較できる。転位速度が遅い場合、可動転位が炭素に固着されることを意味し、逆に転位速度が速い場合は、炭素の固着から転位が離脱することを示すことから、PLC バンドの位置を考慮した局所的な PLC 効果 (または DSA 効果) の解析ができる。次に、面心立方格子構造を有する高 Mn 鋼において、炭素は拡散係数が非常に小さいため室温で均一な分布をしている一方、転位密度は塑性変形とともに増加する。各塑性変形段階での転位と炭素の距離を (S) TEM 用い測り、弾性論にもとづいた炭素と可動転位の相互作用エネルギーを距離で微分することにより、転位と炭素との間の力が求められる。この力は、可動転位が炭素の固着から離脱するのに必要な応力に相当する。この値を応力-ひずみ曲線上でのセレーションのピークと比較することで、マイクロ PLC 効果とマクロ PLC バンディングを関連付けてセレーション挙動の本質を理解できる。

### 4. 研究成果

セレーションは、引張変形中起こる可動転位と炭素などの溶質原子の「動的な相互作用」から起因する現象として知られているが、これまでのセレーションに関する研究は主に試験片の除荷後に行われ、「引張変形中のリアルタイムの評価」は出来てなかった。そこで、申請者は、DIC 法を用いた局所変形解析と放射光 X 線回折を高 Mn 鋼の引張変形中にリアルタイムで適用することにより、試験片中の PLC バンディングが応力-ひずみ曲線上のセレーションと完全に対応することを世界で最初に解明した (S. Hwang et. al, Acta Materialia, 205, 2021)。DIC 法による局所塑性ひずみ解析と放射光 X 線回折による転位密度評価を同時に引張変形中の高 Mn 鋼に適用することにより、PLC バンド内外の転位の平均速度を算出し、炭素の拡散速度と比較することで、マクロな PLC バンドとマイクロな PLC 効果を結びつけることができる理論を構築した (論文の投稿準備中)。さらに、同合金に引張変形中その場 TEM 観察 (九州大学の研究グループとの共同研究) を適用することにより、上記で構築した理論を詳細に検証している。興味深いことに、変形全体に渡って観察中に「転位の集団的な止まりと集団的なすべり」が周期的に繰り返し観察された。TEM 観察領域で転位の移動距離が短い場合は、転位が炭素によりピン止めされていたことを示唆する。その際、塑性ひずみは生じないため、TEM 観察領域が PLC バンドの外側に相当すると考えられる。一方、移動距離が長い場合は、外部応力の増加により転位が炭素の固着から離脱したことを示唆する。その際、塑性ひずみは生じるため、TEM 観察領域が PLC バンドの内側に相当すると考えられる。このことは、変形中に局所的な転位のピン止めと離脱が順次起こり、それがマクロな PLC バンドの伝搬として現れることを示唆する。議論の妥当性・一般性をさらに高めるために、より多くの結晶粒に対してマイクロ・ナノにおける実験を行う予定でもある。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計2件（うち査読付論文 2件/うち国際共著 2件/うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 Punyafu Jesada, Hwang Sukyoung, Ihara Shiro, Saito Hikaru, Tsuji Nobuhiro, Murayama Mitsuhiro	4. 巻 862
2. 論文標題 Microstructural factors dictating the initial plastic deformation behavior of an ultrafine-grained Fe-22Mn-0.6C TWIP steel	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Materials Science and Engineering: A	6. 最初と最後の頁 144506 ~ 144506
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1016/j.msea.2022.144506	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する

1. 著者名 Lavakumar Avala, Park Myeong-heom, Hwang Sukyoung, Adachi Hiroki, Sato Masugu, Ray Ranjit Kumar, Murayama Mitsuhiro, Tsuji Nobuhiro	4. 巻 874
2. 論文標題 Role of surrounding phases on deformation-induced martensitic transformation of retained austenite in multi-phase TRIP steel	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Materials Science and Engineering: A	6. 最初と最後の頁 145089 ~ 145089
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1016/j.msea.2023.145089	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する

〔学会発表〕 計3件（うち招待講演 0件/うち国際学会 1件）

1. 発表者名 朝田 遼, Hwang Sukyoung, 辻 伸泰
2. 発表標題 様々な粒径を持つ高Mn鋼におけるセレーション挙動のひずみ速度依存性
3. 学会等名 日本金属学会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 加藤 宏和, Hwang Sukyoung, 辻 伸泰
2. 発表標題 超微細粒高Mn鋼におけるリュウダース変形の詳細
3. 学会等名 日本金属学会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Sukyoung Hwang, Yu Bai, Si Gao, Akinobu Shibata, Nobuhiro Tsuji
2. 発表標題 Effect of grain refinement on plastic deformation and fracture in a Si-added high-Mn austenitic steel
3. 学会等名 TMS 2022 (国際学会)
4. 発表年 2022年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関