

**科学研究費助成事業 研究成果報告書**

平成 27 年 6 月 26 日現在

機関番号：12601

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2012～2014

課題番号：24760569

研究課題名(和文)階層的三次元弾性・塑性歪分布測定法の確立

研究課題名(英文)Measurement of Hierarchical 3D-Strain in Polycrystalline Materials

研究代表者

小島 真由美(Ojima, Mayumi)

東京大学・工学(系)研究科(研究院)・助教

研究者番号：80569799

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,700,000円

研究成果の概要(和文)：多結晶体において、変形の不均一性は強度・延性バランスに大きく影響するにも関わらず、これを結晶粒レベルで弾性歪、塑性歪の両観点から定量化する解析法は現在確立されていない。本研究では、EBSD-Wilkinson法、その場測定法、三次元像再構築法、中性子(放射光)回折法による階層的三次元弾性・塑性歪測定法を確立を試みた。高強度マルテンサイト鋼と高延性オーステナイト鋼を積層した複層型高強度高延性鋼の変形挙動に関して主に検討したところ、変形時に生じる応力/ひずみ分布について、組織平均、層単位、結晶粒単位で評価することに成功し、好ましい力学的特性の発現要因について重要な知見を得た。

研究成果の概要(英文)：Distribution of deformation strongly affects mechanical property in polycrystalline materials, therefore precise measurement of stress/strain not only in the macroscopic scale but also in each grains have been requested for many years. In this study, hierarchical stress/strain measurement using EBSD technique, in-situ technique, 3D-reconstruction technique and neutron(synchrotron) diffraction technique was applied for advanced high strength steels to investigate the deformation behavior. Multilayered steels consisting high strength martensite and high ductile austenite were mainly investigated. Distribution of stress/strain in various scale was successfully obtained during tensile deformation, which led to understand of characteristic deformation behavior and to find a possible reason for improvement of mechanical property in multilayered steels.

研究分野：材料工学

キーワード：応力/ひずみ測定 力学的特性 組織 EBSD 中性子回折 その場測定

### 1. 研究開始当初の背景

多結晶材料において変形の不均一性は強度-延性バランスに大きく影響することから、材料内の弾性・塑性歪分布の定量的な評価が望まれている。例えば、単相組織であっても、粒単位の歪/応力分配挙動は強度・延性バランスを支配する加工硬化挙動に深く関係するだけでなく、亀裂の発生や進展箇所を同定する上で、粒単位の残留ひずみの分布を評価することは重要である。弾性・塑性歪は、組織-力学的特性の対応性に重要な役割を担っており、その理解が重要であることに疑問の余地はないが、バルク平均のみならずミクロ組織単位(個々の結晶粒単位)の高精度な弾性・塑性歪分布測定法の確立は多結晶材料の力学的特性を研究する上で長年の課題である。この課題に対して、本研究では、EBSD-Wilkinson法、その場測定法、三次元像再構築法、中性子回折法により構成される階層的三次元弾性・塑性歪測定法を用いて高強度鉄鋼材料の階層的不均一変形挙動の定量的解析に取り組むこととした。

### 2. 研究の目的

電子線後方散乱法(EBSD法)は、結晶方位のマッピング手法として近年飛躍的に活用されている。変形に伴う微小な領域の方位変化を捕らえ、粒単位での塑性歪マッピング(KAM評価)が可能である。さらに、EBSD法を発展させ、粒単位で弾性歪を測定しようとする試みがある。EBSD-Wilkinson法とよばれ、弾性歪によるEBSDパターンのわずかな変位(0.0001度に相当)を画像処理法により検出する。これにより0.1%程度の微小な歪の検出が可能となりつつあり、結晶粒単位の弾性歪マッピングの取得に期待がよせられている。本研究では更に小型変形試験機を導入する事により、残留ひずみのみならず負荷中の歪み測定にも取り組む。二次元における弾性・塑性ひずみ測定を三次元に展開するため、中性子および放射光回折法による内部応力測定とシリアルセクション法による組織の三次元可視化を試みる。変形中その場回折測定では、多結晶材料の不均一変形挙動を相単位、 $[hkl]$ 粒群単位の格子面(弾性)歪分布として検出することができる。中性子回折法で三次元のマクロ的な変形挙動(全体像)を把握した上で、EBSD関連の手法を用いることによりミクロ挙動も検討し、ミクロ-マクロ間の階層的な理解を試みる。

### 3. 研究の方法

試料には主に高強度マルテンサイトと高延性オーステナイトを組み合わせた積層型

高強度鋼板(複層鋼板)を用いた(図1)。BCC構造を有するマルテンサイト層とFCC構造を有するオーステナイト層から構成される本試験鋼はEBSDおよび中性子回折測定において組織の分離が容易であり本研究で用いられる測定手法および解析に適している。また、複層鋼板は高強度高延性に特に優れる事から構造材料としても最近注目される材料の一つであり、高強度高延性の発現機構の理解は重要である。

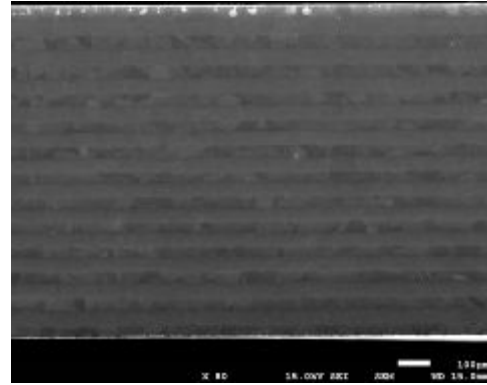


図1 25層複層鋼板の断面SEM像

EBSD法を適用するにあたり、試料の分析表面(鏡面状態)の調整には通常の機械研磨に加えて振動研磨法を用いる事により、可能な限り試料調整(研磨)時に導入されるひずみの除去を試みた。ミクロ組織評価には電界放出型走査型電子顕微鏡(FE-SEM, JEOL JSM-7001FA)およびEBSD測定システム(検出器Digi view/EDAX、解析ソフトウェアOIM collectionおよびOIM analysis/ TSLソリューションズ,)を用いた。また顕微鏡下に引張変形用小型ステージ(MTI Fullam SEMTESTER /MTI instruments)を導入し変形中その場実験を行った(図2)。



図2 FE-SEM内に設置した小型引張試験機の様子

中性子回折測定は、大強度陽子加速器施設(J-PARC)物質・生命科学実験施設(MLF)内に設置されている、飛行時間型中性子回折装置(工学材料回折装置:匠)を用いて行った。中性子ビームライン上にその場引張試験機を導入し、変形中の応力・ひずみ測定を実施した(図3)。積層方向に対してサンプルを回転することにより、積層方向に平行な1方向および積層方向に垂直な2方向の三軸応力測定を実施した。



図3 中性子回折測定風景(紙面奥から手前方向に中性子ビームが導入され、写真中心部分にある試料に照射される。試料で散乱した中性子は写真の左右端にある検出器によって検出される)

ミクロ組織の三次元像の取得には、シリアルセクションング法を用いた。シリアルセクションング法では、同一の観察視野に関して、研磨と像撮影を繰り返し、得られた観察像を積層し二次元像を三次元像に構築する。積層方向のスケールは、マイクロピッカース試験機(KEYENCE)により観察面にあらかじめ付けたひし形の厚痕のサイズ変化量をもとに計算した。厚痕は研磨量の目安になると同時に、同視野を追い続けるためのしるしの役割も果たす。組織の三次元構築を実施するにあたり国立大学法人鹿児島大学工学部機械工学科足立吉隆教授のご協力を賜った。

#### 4. 研究成果

本研究で用いた複層鋼板は高強度マルテンサイト鋼と高延性オーステナイト鋼を積層化した高強度高延性鋼板である。実際に、構成鋼および構成層の構成比や層厚を制御する外部設計型の手法を用いることで、従来にない強度-延性バランスを得ている。複層鋼板の好ましい強度-延性バランスの実現には、高強度マルテンサイト層が十分な塑性変形量を有することが鍵である。これまでの研究でマルテンサイト層に大変形を誘発するための破壊力学的な幾何設計指針につ

いては検討したものの、脆性的なマルテンサイト組織が高延性を示す原理は未だに明らかになっていない。複層鋼板中のマルテンサイト組織に生ずる大変形の発生機構の解明には、変形によって生じる内部応力分布を明らかにすることが不可欠である。

まず引張中その場中性子回折法を用いて、マルテンサイト組織とオーステナイト組織に平均的に生じるひずみについて検討した(図4)。

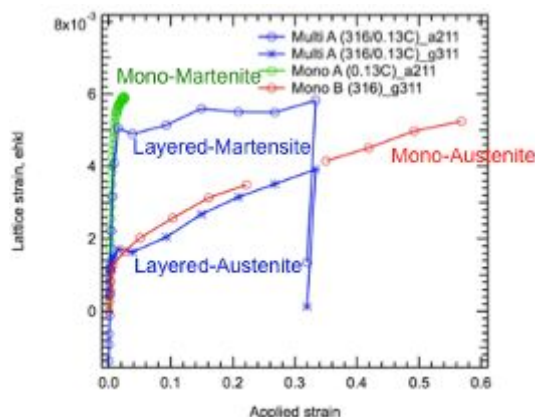


図4 複層鋼板中のマルテンサイトとオーステナイトと単体マルテンサイトおよび単体オーステナイトの格子ひずみ(応力)-負荷ひずみ曲線

図4から明らかなように、単体のマルテンサイトと複層中のマルテンサイトを比較すると、脆性なマルテンサイトであっても複層中では塑性変形が十分に導入されていることが分かる。一方で単体のオーステナイトと複層中のオーステナイトを比較すると、マルテンサイトの降伏点付近で揺らぎが見られるものの、単体と似た応力-ひずみ応答を示した。この事から、機械的特性が大きく異なる異種鋼板の組み合わせであっても、十分強固な層界面が存在する限り、高歪み域に渡って内部応力は均一に生じ、大きくは複合則で整理されることが明らかとなった。複層鋼板の優れた機械的特性はここで示されたような内部応力の均一性にあると考えられる。

機械的特性の大きく異なる材料の接合界面においては、クラックやデラミネーションの発生も予測される。中性子回折結果からこれらの欠陥の発生は抑制されていると予想されるものの、層界面付近の内部応力状態をより詳細に検討するために、数10 $\mu\text{m}$ まで集光が可能な放射光回折法を用いて数十 $\mu\text{m}$ の空間分解能で層界面付近の応力状態を測定した。その結果、引張変形中に生じた内部応力は、積層界面付近と層中心付近とで大きな違いは見られず、約50 $\mu\text{m}$ の空間分解能の範囲内においては比較的均一であることが確認された。

本研究鋼における界面の特異性を検討するために、画像相関法により塑性歪み分布を測定した。小型引張試験機(図2)を顕微鏡下



に設置し、変形の前後で連続写真を撮影し、画像の移動量から JIS13B 号引張試験片の表面に生じる塑性ひずみをマッピングした(図 5)。ネッキングが生じるよりも小さな負荷ひずみレベルで塑性ひずみの局所化が生じ、局所領域は歪み量の増加とともに移動する様子が確認された。単体の鋼ではネッキング以前に局所化は生じないため、界面を持つ複層鋼板特有の現象と考えられる。

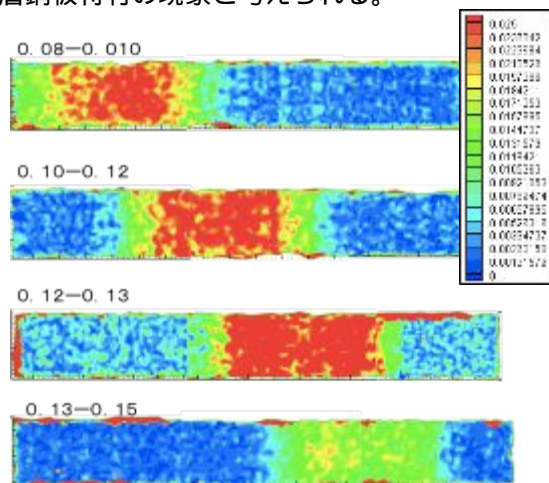


図 5 引張試験片内で生じた塑性ひずみ分布(引張り試験片の表面を機械研磨により鏡面に仕上げた後にエッチングを施しミクロ組織を現出させ、現出した組織をパターンとして使用した)

よりミクロな変形挙動を検討するために、マルテンサイト組織内に導入された変形をシリアルセクション法による組織の三次元可視化および EBSD 法により検討した(図 6 および図 7)。マルテンサイト変態は高温におけるオーステナイト組織からせん断型で生成し、組織に階層性を持つことが知られている。そのうちのポケットと呼ばれるユニットを分類し色分けして示す。ある二次元断面では主に一種類のポケットが選択されているように見えていた組織も、三次元化することにより他のポケットの存在が確認された。さらに各ポケットの体積率は自由表面と内部では異なる傾向も見られたが規則性を見いだす事はできなかった。今後の課題である。一方、EBSD により得られた 2.5%引張ひずみ付与時の複層中マルテンサイト組織像を示す。図 7 は結晶方位の違いによって色づけがされていることから、塑性変形(すべりによる結晶回転)の生じる様子が分かる。ブロック境界を横断して塑性変形が生じている様子もしばしば見られたが、層内においてランダムに変形の集中する箇所が見られ、マルテンサイト組織内では比較的均一に変形が進行している事が示唆された。

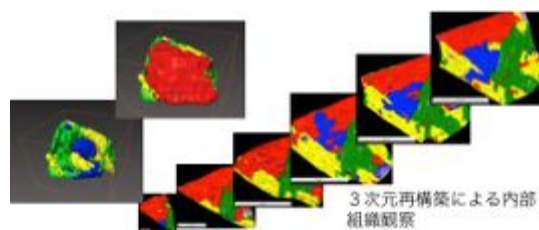


図 6 マルテンサイト組織の三次元構築

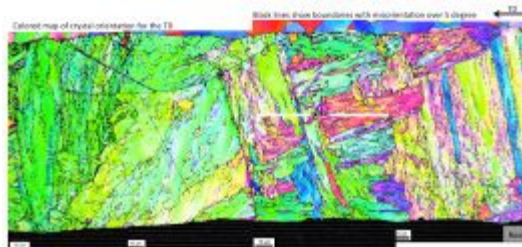


図 7 複層中マルテンサイト組織の EBSD 結晶方位マッピング(2.5%引張変形時)

#### <引用文献>

M.Ojima, Y.Adachi, Y.Tomota, K.Ikeda, T.Kamiyama and Y.Katada: Mater. Sci. and Eng. A, 527(2009), 16-24  
 G. Miyamoto, A.Shibata, T.Maki and T. Furuhashi: Acta Mater., 57(2009), 1120-1131  
 A. J. Schwartz, M. Kumar, B. L. Adams, Electron Backscatter Diffraction in 380 Materials Science, Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York, 2000  
 A.J.Wilkinson, G.B.Meaden, D.J.Dingley, Ultramicroscopy, 106(2006), 307  
 足立吉隆, ふえらむ, 13, 10 (2008), 676-680

#### 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 4件)

Rozaliya I. Barabash, Oleg M. Barabash, Mayumi Ojima, Zhenzhen Yu, Junya Inoue, Shoichi Nambu, Toshihiko Koseki, Ruqing Xu, Zhili Feng, "Interphase Strain Gradients in Multilayered Steel Composite from Microdiffraction", Metallurgical and Materials Transactions A, 45(2014), 98-108  
 Hiroyuki Y. Yasuda, Yasuhiro Oda, Takenori Maruyama, Mayumi Ojima, Yoshitaka Adachi, "In Situ Observation of Pseudoelasticity in

Fe3Al Single Crystals with D03 Structure”, Materials Transactions, 55(2014), 788-795  
Hyuntaek Na, Shoichi Nambu, Mayumi Ojima, Junya Inoue, Toshihiko Koseki, “ Strain localization behavior in low-carbon martensitic steel during tensile deformation ”, Scripta materialia, 69(2013), 793-796  
S. Nambu, N. Shibuta, M. Ojima, J. Inoue, T. Koseki, H.K.D.H. Bhadeshia, “ In situ observations and crystallographic analysis of martensitic transformation in steel ”, Acta Materialia, 61(2013), 4831-4839

〔学会発表〕(計 4件)

M. Ojima, J. Inoue, A. Shiro, T. Shobu, P. Xu, H. Suzuki, S. Harjo, S. Nambu, T. Koseki, “ Stress/Strain distribution in multilayered steels consisting of dissimilar steels ”, TMS Annual meeting & Exhibition, Walt Disney World, Orlando, Florida, US, March 18 2015

M. Ojima, J. Inoue, S. Nambu, P. Xu, K. Akita, H. Suzuki, T. Koseki, “ Characterization of Stress Partitioning in Martensite/Austenite Multilayered Steels using In-situ Neutron Diffraction ”, 2nd International Workshop “ In-situ studies with Photons, Neutrons and Electron Scattering ”, Osaka, November 30, 2012

小島 真由美, 井上 純哉, 南部 将一, 小関 敏彦, 徐 平光, 菖蒲 敬久, “ 放射光回折測定によるオーステナイト-焼入れマルテンサイト複層鋼板の変形挙動の検討 ”, 日本鉄鋼協会, 愛媛大学, 2012年9月17日, 材料とプロセス (CAMP-ISIJ), vol.26(2012), 1097

M. Ojima, J. Inoue, S. Nambu, P. Xu, K. Akita, H. Suzuki, T. Koseki, “ Stress partitioning behavior in SUS316/WT780C multilayered steels ”, NIMS Conference, Tsukuba, June 5, 2012

〔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：  
出願年月日：  
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

小島 真由美 (OJIMA, Mayumi)  
東京大学・工学系研究科・助教

研究者番号：80569799

(2) 研究分担者

( )

研究者番号：

(3) 連携研究者

( )

研究者番号：