

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 28 年 6 月 3 日現在

機関番号：82401

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2013～2015

課題番号：25289265

研究課題名(和文) 中性子による微視構造計測と結晶塑性論の融合による金属材料の革新的変形解析システム

研究課題名(英文) Study for innovative analysis system of metallic materials with collaboration between microstructure measurement by neutron beam and crystal plasticity

研究代表者

高村 正人 (Takamura, Masato)

国立研究開発法人理化学研究所・光量子工学研究領域・研究員

研究者番号：00525595

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 14,100,000円

研究成果の概要(和文)：理研小型中性子源RANSにおいて、微視組織組織計測のための、中性子回折システムを構築した。これにより、鋼板の塑性変形前後における集合組織の変化を、波長依存の回折プロファイルの変化から捉えることに成功した。また、サンプルに対するビーム照射角を変化させることで回折角依存の回折強度変化が得られ、極点図の作成が可能であることがわかった。得られた極点図は、X線回折により得られたものと比較し、妥当性が示された。一方、マグネシウム合金板やチタン合金板における各種負荷経路における材料試験及び結晶塑性解析を行い、中性子計測と比較可能な集合組織に注目してその発展の様子を実験的及び解析的に解明した。

研究成果の概要(英文)：A measurement system for micro-structure of metallic materials by neutron diffraction has been developed in Riken Accelerator based compact Neutron Source (RANS). Through this system, we succeeded in observing the change of texture in steel sheets before and after plastic deformation by analyzing the diffraction profiles obtained with respect to wave length. In addition, pole figures were successfully obtained from the diffraction patterns measured in various diffraction angles. Above pole figures were compared with those obtained by X-ray diffraction, showing the similar tendencies, and, as a result, the validity of the neutron diffraction for texture measurement were suggested.

On the other hand, material tests and numerical simulations by crystal plasticity for magnesium and titanium alloy were performed. Evolution of the texture was investigated experimentally and numerically, which was able to be compared with measurement results obtained by neutron diffraction.

研究分野：塑性加工学、計算力学

キーワード：中性子回折 小型中性子源 集合組織 結晶塑性 有限要素法 残留オーステナイト 極点図

### 1. 研究開始当初の背景

自動車の衝突安全性を維持しながら薄肉化による軽量化を実現するために、高張力鋼板の開発が盛んである。代表的なものとして DP 鋼、TRIP 鋼などが存在するが、1GPa を超える強度を持ちながら常温で実用的な塑性変形能を有する鋼板は未だ存在しない。また、軽量化材料として期待されているマグネシウム合金についても、常温で十分な加工性が得られないため、適用拡大に至っていない。このような材料を開発するに当たっては、結晶レベルでの構造制御、すなわち集合組織とその加工時の発展を最適に制御することが不可欠である。しかし、集合組織の計測技術、及びそれらの力学的挙動の解明の両面において十分に熟成されているとは言えず、画期的な新材料開発において障害となっている。一方、中性子ビームが金属に対して透過力が高いことを利用して、X 線では見えにくい工業製品などの幅広い分野で中性子ビームが適用されている。また、飛行時間法 (Time Of Flight, TOF) を用いたパルス中性子回折手法が開発されている。この手法により、バルク平均の結晶情報を得ることが可能である。

### 2. 研究の目的

現在、理化学研究所において小型中性子源 RANS (Riken Accelerator driven Compact Neutron Source) が稼働している。これまで J-PARC 等の大型施設でしかできなかった中性子源の活用が企業内や研究室内で可能となるため、基礎研究の劇的な進歩が期待できる。本研究においても、上記小型中性子源の特性と理研における塑性加工研究の基盤を融合させ、金属の力学特性に関する研究を飛躍的に加速させることを狙うものである。

一方、京都大学においては結晶塑性シミュレーションによる多結晶金属の力学挙動の解明に取り組んでいる。

本研究では、研究室のラボレベルで使用できる小型中性子源を用いて、結晶塑性論の検討に必要な集合組織情報はじめとする金属ミクロ組織情報を得るための計測手法を開発すると同時に、計測技術と融合させる形で複雑な負荷経路における金属塑性変形過程の集合組織の発展を、結晶塑性有限要素法により検討する。

### 3. 研究の方法

小型中性子源を利用した中性子回折による新たな基盤技術を確立し、塑性加工シミュレーションとの融合を図るために、以下の方法で研究を実施する。

- (1) 小型中性子源による回折のための装置開発
- (2) 中性子回折により得られた回折情報の可視化技術の開発
- (3) 結晶塑性シミュレーションの高度化と実験による検証

### 4. 研究成果

#### (1) 小型中性子源による回折のための装置開発

小型中性子源システム RANS によるパルス中性子回折法を用いて、各種金属材料の内部結晶組織の観察実験を行った。供試材には IF (Interstitial-Free) 鋼板を用いた。板厚が 1mm である。小型線源である RANS では、分解能と統計量が既存の大型施設に比べて劣ることが予想された。そこで、実用的な時間で必要な分解能を満たす測定が行うことができるように、各種設定 (パルス幅、サンプルサイズ、光学系、遮蔽によるバックグラウンド低減) を最適化しながら実験を行った。図 1、図 2 に実験装置の概要を示す。回折中性子は、位置感度型光電子増倍管と ZnS/LiF 混合シンチレーターを組み合わせたシンチレーションカウンターにより検出した。検出器から得られる飛行時間情報からは中性子の波長が見積もられ、ブラッグの式より回折が起こった格子面間距離  $d$  が割り出された。まず、予変形として 10% の圧縮ひずみを与えた前後での内部結晶組織変化の測定を試みた。実験では、10mm の円形に切断したサンプルを 10 枚重ねて、引張方向を法線とする面を測定に供した。図 3 に、回折測定結果を示す。測定時間 10 分にて、体心立方結晶の回折パターンを観測することに成功した。またこの結果から、圧縮変形によって各回折ピーク強度に増減が生じていることを確認した。変形前後でのピーク強度変化は、変形に伴う結晶方位回転によるものであり、この結果から圧縮変形の進行に伴って集合組織が発達していることが示唆される。

#### (2) 中性子回折により得られた回折情報の可視化技術の開発

集合組織の可視化には、通常極点図が用いられる。極点図を RANS の測定結果から得るためには、種々の方位から回折強度を測定する必要がある。そこで続いて、同サンプルを用いて圧縮ひずみ 10% の予変形を与えた前後での極点図の測定を試みた。ここでは、回転ステージを用いて測定中にサンプルを回転させることで、全方位の回折強度分布の測定を行った。1 回当たり測定時間は 10 分間であり、一つの極点図を得るのに要した測定時間は約 210 分であった。図 4 に、種々の回転角における格子面間距離分布の測定結果を示す。また、この結果をステレオ投影法によって立体角度分布表示するためのソフトウェアを開発し、それを用いて (200)、(211)、(110) 回折強度の立体角度分布として描画したグラフを図 5 に示す。これはサンプルの結晶方位分布に相当する。なお、一般的な圧延鋼板では、圧延方向 (RD) および圧延垂直方向 (TD) に対して結晶方位は対称に分布する場合が多い。そこで本供試材でもこの軸対称性が成

り立つとして、1/4 半球上の角度分布のみの測定を元に描画した。またさらに、体心立方であることを前提としてこの立体角度分布に対して結晶方位解析を行い、測定点間の値を補間しながら全方位に対して等高線図化した。その結果(極点図)を図 6、図 7 に示す。(200)極点図において、圧縮変形に伴って RD にピークが生じている。一方(211)および(110)極点図には変形に伴う明瞭な変化は見られない。比較のために、同じサンプルに対して X 線回折により極点図を測定した結果を図 8、図 9 に示す。RANS による測定と X 線による測定では、測定範囲が大きく異なるため、その比較には十分留意する必要があるが、定性的には同様の傾向が得られている。以上の結果から、RANS を用いて(110)面、(200)面、(211)面などのピークを分離することができた。また、開発したアルゴリズムおよびソフトウェアを用いたデータ処理方法により、極点図を用いて集合組織を可視化することに成功した。このことから、小型線源でも実用的な測定時間で金属結晶組織の観察と可視化が可能であることが確認できた。

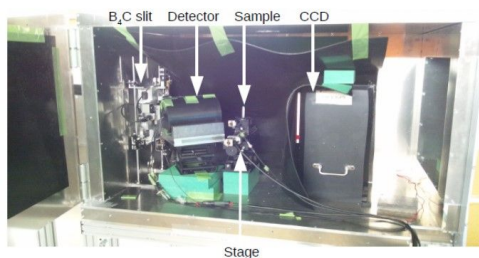


図 1 実験装置の写真

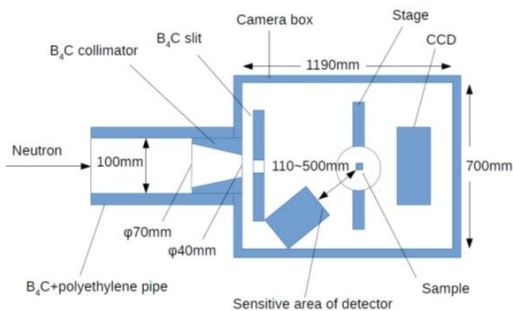


図 2 実験装置の概略図

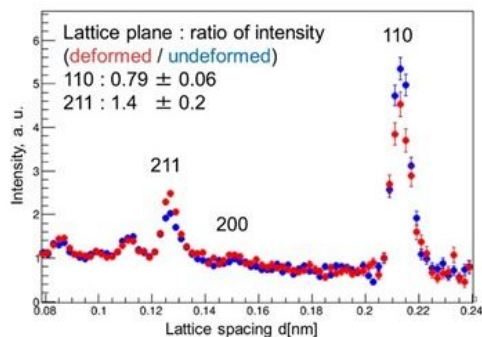


図 3 RANS で測定された IF 鋼の格子面間隔分布 (青は変形前、赤は圧縮ひずみ 10%を与えたサンプルの測定結果を表す)

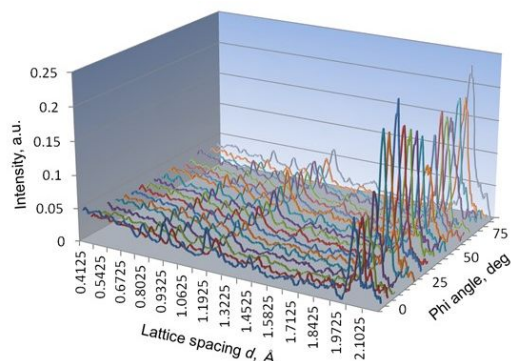


図 4 IF 鋼板の回転角ごとの回折プロファイル分布

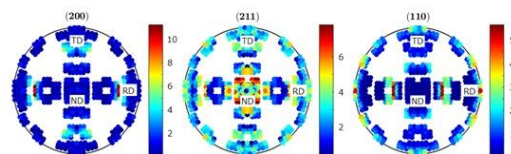


図 5 RANS の測定結果を基にステレオ投影法で描画した変形前 IF 鋼の(110),(200),(211)回折強度の角度分布

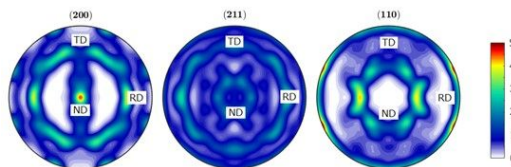


図 6 RANS で測定された変形前 IF 鋼の結晶方位分布を表す極点図

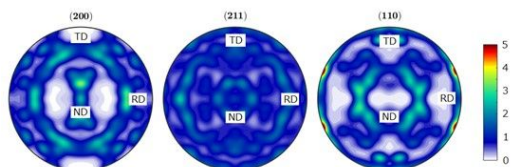


図 7 RANS で測定された 10%圧縮変形後の IF 鋼の結晶方位分布を表す極点図

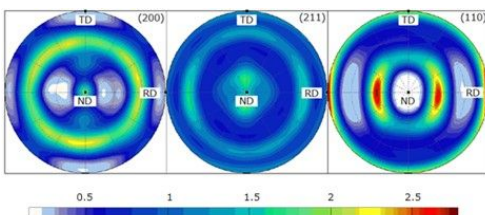


図 8 X 線回折で測定された変形前の IF 鋼の結晶方位分布を表す極点図

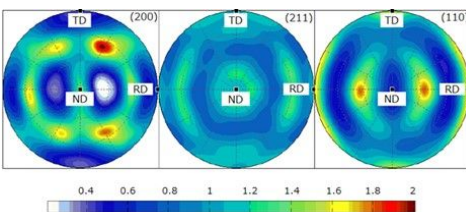


図 9 X 線回折で測定された 10%圧縮変形後の IF 鋼の結晶方位分布を表す極点図



### (3) 結晶塑性シミュレーションの高度化と実験による検証

マグネシウム合金圧延板を対象に、圧縮から引張へ反転負荷した際の変形挙動を結晶塑性有限要素法により解析した。図 10 に解析で得られた応力-ひずみ線図を示す。引張時には S 字状の曲線が発現し、またその曲線形状は圧縮時のひずみ量に応じて大きく変化している。この傾向は実験と解析で良い一致が見られる。

続いて図 11 に、解析で得られた各点における (0001) 極点図を示す。ここでは例として、4% 圧縮後に引張へ転じた場合の結果を示す。変形前には六方晶の c 軸は板厚方向 (ND 方向) に強く配向し、強い底面集合組織を形成している (図 11(a))。圧縮負荷を受けると、ND 方向に配向していた多くの c 軸が方位回転して圧延方向 (RD 方向) に配向している様子がわかる (図 11(b))。これは、圧縮変形時に変形双晶が活発に活動したためである。その後引張変形に転じると、応力-ひずみ曲線において引張初期に見られるプラトー領域では双晶回復が活発に活動している。一方二度目の応力急上昇が生じる付近で双晶回復の活動が急激に低下し、それに替わって柱面すべり系の活動が活発になる。以上のような双晶の活動推移に伴って、RD 方向に集積した方位が再び ND 方向へ戻り (図 11(c)、(d)、(e))、二度目の応力急上昇が生じた以降ではほぼ初期の結晶方位に回復している (図 11(f))。以上の傾向は、既に過去の論文で報告されている結果と定性的に一致している。図 11 の結果は、パルス中性子回折による金属組織の観察結果と直接比較検証が可能なデータであり、中性子計測で得られたバルク平均による集合組織情報と、金属のマクロ特性を予測する手法としての結晶塑性解析の融合の可能性を示唆する結果である。

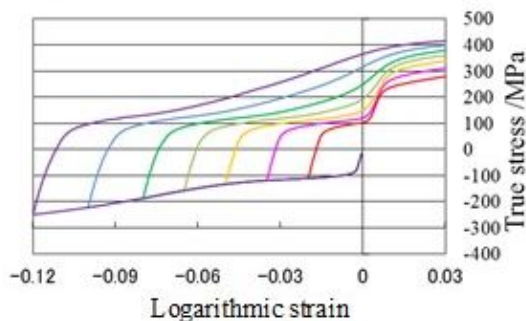


図 10 種々の圧縮予ひずみにおける反転負荷時の応力-ひずみ線図。

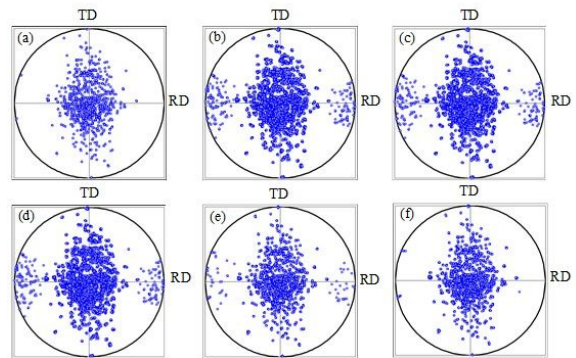
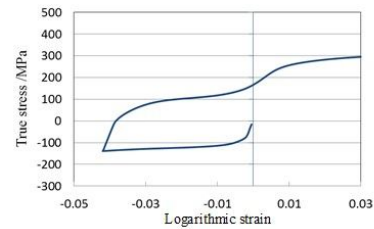


図 11 反転負荷に伴う (0001) 極点図の推移

### 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 12 件)

Ikeda Y, Taketani A, Takamura M, Sunaga H, Kumagai M, Oba Y, Otake Y and Suzuki H Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A (submitted)

Hama, T., Tanaka, Y., Uratani, M., and Takuda, H., Deformation behavior upon two-step loading in a magnesium alloy sheet, International Journal of Plasticity, **82** (2016-7), 283-304. 査読有

小峯隼人, 浅倉雅之, 外賀太朗, 木曾拓真, 高村正人, 杉山隆司, 浅川基男: 高張力鋼板を用いたハットチャンネルの絞り-絞り戻り加工によるスプリングバック低減, 塑性と加工, **57-660**, (2016-1), 60-65. 査読有

Hama, T., Matsudai, R., Kuchinomachi, Y., Fujimoto, H., and Takuda, H., Non-linear deformation behavior during unloading in various metal sheets, ISIJ International, **55-5** (2015-5), 1067-1075. 査読有

Hama, T. et al., Effect of pre-compressive strain on work-hardening behavior upon two-step loading in a Magnesium alloy sheet, Key Engineering Materials Volume **639**, 347-352 (2015-3). 査読有

T. Hama; N. Kitamura; H. Takuda, Effect of twinning and detwinning on inelastic behavior during unloading in a magnesium alloy sheet, Materials

Science and Engineering A, **583** (2013-8), 232-241. 査読有  
Hama, T. et al., Work-hardening and twinning behaviors in a commercially pure titanium sheet under various loading paths, Materials Science and Engineering A Volume **620** (2015-3), 390-398. 査読有  
Masato Takamura, Hideyuki Sunaga, Shunsuke Mihara, Atsushi Taketani and Yoshie Ohtake: Advanced Metal Forming Simulations Coupled with Neutron Beam Technology, Physics Procedia, **60** (2014), 238-243. doi:10.1016/j.phpro.2014.11.033 査読有  
Hama, T. et al., Work-hardening behavior upon reverse loading in a rolled AZ31 magnesium alloy sheet, Key Engineering Materials Volume **622-623** (2014-9), 603-608. 査読有  
Hama, T. et al., Deformation behavior of a Magnesium alloy sheet with random crystallographic orientations, Key Engineering Materials Volume **611-612**, 27-32 (2014-5). 査読有  
T. Hama; N. Kitamura; H. Fujimoto; H. Takuda, Crystal plasticity finite-element simulation of deformation behavior during unloading under compression in a magnesium alloy sheet, Key Engineering Materials, **554-557** (2013-6), 71-76. 査読有  
Masato Takamura, Shigeru Nishimura and Hideyuki Sunaga: Investigation on Effect of Slide Motion Control on Stamping of High-Strength Steel Sheets, Key Engineering Materials, Vols. **554-557** (2013-6), 1331-1337. 査読有

〔学会発表〕(計 23 件)

Y. Ikeda, M. Takamura, M. Kumagai, T. Hama, Y. Oba, H. Suzuki: Nondestructive measurement of texture of steel sheets with compact neutron source "RANS", 鉄鋼協会第 171 回春季講演大会, International Organized Sessions "Forefront of materials research with quantum beam", 東京理科大(東京都・葛飾区)(2016.3.23-25), Int-3. 査読無  
浜孝之, 小嶋慶典, 久保雅寛, 常見祐介, 藤本仁, 宅田裕彦, 結晶塑性解析による体心立方金属の変形挙動予測, 日本鉄鋼協会第 171 回春季講演大会, 東京理科大(東京都・葛飾区)(2016.3.23-25), 査読無  
浜孝之, 鈴木智貴, 内田壮平, 田中努, 藤本仁, 宅田裕彦, マグネシウム合金圧

延板における双晶活動の板厚ひずみに及ぼす影響, 日本機械学会 M&M2015 材料力学カンファレンス, 慶応大(神奈川県・横浜市)(2015.11.21-23), 査読無  
高村正人, 池田義雅, 須長秀行, 大竹淑恵: 金属材料の塑性変形に関する諸特性と中性子回折, 理研シンポジウム 第 3 回「光量子工学研究」, 理研(埼玉県・和光市)(2015.11.12-13), 5-6. 査読無  
須長秀行, 高村正人, 見原俊介: 金属延性破壊に基づくせん断加工シミュレーション, 理研シンポジウム 第 3 回「光量子工学研究」, 理研(埼玉県・和光市)(2015.11.12-13), 27-28. 査読無  
浜孝之, 藤崎悠介, 口ノ町陽太, 藤本仁, 宅田裕彦, 純チタン板のスプリングバックに及ぼすひずみ速度の影響, 第 66 回塑性加工連合講演会, いわき市文化センター(福島県・いわき市)(2015.10.29-31), 査読無  
浜孝之, 宅田裕彦, 予圧縮を受けたマグネシウム合金板におけるひずみ挙動に関する結晶塑性解析, 第 66 回塑性加工連合講演会, いわき市文化センター(福島県・いわき市)(2015.10.29-31), 査読無  
浜孝之, 鈴木智貴, 浦谷政翔, 内田壮平, 田中努, 藤本仁, 宅田裕彦, 反転負荷を受けるマグネシウム合金圧延板におけるひずみ挙動, 第 66 回塑性加工連合講演会, いわき市文化センター(福島県・いわき市)(2015.10.29-31), 査読無  
小峯隼人, 村澤皓大, 大竹淑恵, 高村正人, 池田義雅, 鈴木進補: 高張力 Dual-Phase 鋼板における応力緩和挙動, 第 66 回塑性加工連合講演会, いわき市文化センター(福島県・いわき市)(2015.10.29-31), 379-380. 査読無  
高村正人: RANS 中性子線回折による集合組織測定と塑性加工解析について, 鉄鋼協会第 170 回秋季講演大会 シンポジウム 鉄鋼インフォマティクス研究会・小型中性子源による鉄鋼組織解析法研究会 共催「先端解析・モデリングに基づく材料設計へのフィードバック II」, 九大(福岡県・福岡市)(2015.9.16-18), 28-31(CD-ROM). 査読無  
浜孝之, 口ノ町陽太, 藤本仁, 宅田裕彦, 種々の金属板における除荷時の変形特性, 平成 27 年度塑性加工春季講演会, 慶応大(神奈川県・横浜市)(2015.6.6-8), 査読無  
小峯隼人, 鈴木進補, 高村正人: Dual-Phase 鋼板における応力緩和挙動に及ぼすひずみ速度の影響, 平成 27 年度塑性加工春季講演会, 慶応大(神奈川県・横浜市)(2015.6.6-8), 95-96. 査読無  
池田義雅, 高村正人, 竹谷篤, 須長秀行, 大竹淑恵, 浜孝之, 鈴木裕士, 熊谷正芳, 大場洋次郎: RANS における中性子回折実験の取り組み, 理研シンポジウム「小型

- 中性子源によるものづくり材料変化の透かし撮りへの挑戦」, 理研(埼玉県・和光市)(2015.1.16), 17-23. 査読無  
池田義雅, 高村正人, 竹谷篤, 須長秀行, 王盛, 橋口孝夫, 関義親, 山田雅子, 太田秀男, 見原俊介, 柳町信三, 大竹淑恵: 理研小型中性子源システム RANS, 理研シンポジウム 第2回「光量子工学研究」, 仙台市情報・産業プラザ(宮城県・仙台市), (2014.11.25-26), 11-12. 査読無  
高村正人, 池田義雅, 竹谷篤, 須長秀行, 大竹淑恵: 中性子ビーム計測と弾塑性FEMによる金属のメゾスケール変形解析, 理研シンポジウム 第2回「光量子工学研究」, 仙台市情報・産業プラザ(宮城県・仙台市), (2014.11.25-26), 155-156. 査読無  
浜 ほか, 結晶塑性有限要素法によるマグネシウム合金板の変形解析に及ぼす潜在硬化の影響, 第65回塑性加工連合講演会、岡山大学(岡山県・岡山市)(2014.10.11-13) 査読無  
浜 ほか, 種々の負荷経路における純チタン板の変形挙動, 第65回塑性加工連合講演会、岡山大学(岡山県・岡山市)(2014.10.11-13) 査読無  
浜 ほか, マグネシウム合金圧延板の交差効果に関する結晶塑性有限要素解析, 第65回塑性加工連合講演会、岡山大学(岡山県・岡山市)(2014.10.11-13) 査読無  
浜 ほか, 圧縮予ひずみを受けるマグネシウム合金圧延板における交差効果, 平成26年度塑性加工春季講演会、研究交流センター(茨城県・つくば市)(2014.6.6-8) 査読無  
Hama, T., Hosokawa, N., and Takuda, H., Accurate parameter identification for crystal plasticity finite-element analysis in a magnesium alloy sheet, Proc. the 9th International Conference and Workshop on Numerical Simulation of 3D Sheet Forming Processes (NUMISHEET 2014), Melbourne, Australia (2014.1.6-10), 692-695. 査読有
- 21 浜 ほか, マグネシウム合金板における反転負荷時の加工硬化挙動に関する結晶塑性有限要素解析, 第64回塑性加工連合講演会、大阪大学(大阪府・吹田市)(2013.11.1-3) 査読無
- 22 浜 ほか, マグネシウム合金鋳造板の変形挙動, 日本機械学会 M&M2013 カンファレンス, 岐阜大学(岐阜県・岐阜市)(2013.10.11-14) 査読無
- 23 浜 ほか, ランダム方位を有するマグネシウム合金板の結晶塑性有限要素解析, 平成25年度塑性加工春季講演会、ウインクあいち(愛知県・名古屋)(2013.6.7-9) 査読無

〔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

高村 正人 (TAKAMURA MASATO)  
理化学研究所・光量子工学研究領域・研究員  
研究者番号: 00525595

### (2) 研究分担者

大竹 淑恵 (OTAKE YOSHIE)  
理化学研究所・光量子工学研究領域・チームリーダー  
研究者番号: 50216777

浜 孝之 (HAMA TAKAYUKI)  
京都大学・エネルギー科学研究科・准教授  
研究者番号: 10386633

須長 秀行 (SUNAGA HIDEYUKI)  
理化学研究所・光量子工学研究領域・研究員  
研究者番号: 70442978

### (3) 連携研究者

竹谷 篤 (TAKETANI ATSUSHI)  
理化学研究所・光量子工学研究領域・副チームリーダー  
研究者番号: 30222095