

**科学研究費助成事業 研究成果報告書**

平成 27 年 6 月 5 日現在

機関番号：17401

研究種目：基盤研究(B)

研究期間：2012～2014

課題番号：24360293

研究課題名(和文) マイクロ材料試験による複相金属材料の微視的変形・破壊機構の解明

研究課題名(英文) Analysis of Deformation and Fracture Mechanisms in Multiphase Alloys Using  
Microscale Mechanical Testing Technique

研究代表者

高島 和希 (TAKASHIMA, KAZUKI)

熊本大学・自然科学研究科・教授

研究者番号：60163193

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 13,500,000円

研究成果の概要(和文)：複相金属材料の強靱化設計では、降伏から破壊に至る材料の変形過程において、各構成相及びその界面における微視的な変形挙動ならびにそのメカニズムの解明が必要とされる。本研究では、研究代表者らが開発したマイクロ材料試験機を用いて、複相金属材料の変形挙動の動的観察を行い、変形・破壊機構の解明を行うことを目的とした。まず、白色干渉計を利用することで、対象とする局所領域の変形挙動及びひずみ分布を計測できる装置の開発を行った。次に、DP鋼、Mg-Zn-Y合金を用いて、強化相と母相界面の変形挙動、破壊挙動の観察を行った。その結果、硬質な析出物周りの局所変形及び界面における破壊の発生等を明らかにすることができた。

研究成果の概要(英文)：The mechanical properties of multiphase alloys are dominated by their microstructure. Therefore, to develop materials with superior mechanical properties, it is important to examine the mechanical properties of each microstructural constituent. However, the measurement of mechanical properties of each constituent is difficult because the size is on the order of microns. We have developed a testing machine that enables the measurement of mechanical properties and in-situ observation of deformation behavior of micro-sized materials. This testing machine is equipped with a white-light interferometer that can measure the surface profile of a micro-sized specimen with high precision. We have measured the mechanical properties of micro-sized specimens prepared from DP (Dual Phase) steels and Mg-Zn-Y alloys. As results, the deformation behavior and strain localization around precipitates were measured, and the occurrence of cracking at the interface boundary of two phases was clearly observed.

研究分野：材料評価学

キーワード：構造・機能材料 機械的性質 材料組織 材料試験 破壊

### 1. 研究開始当初の背景

金属材料の機械的性質は、結晶構造ならびにその欠陥構造(点欠陥、転位、積層欠陥等)に由来するナノメートルスケールにおける材料固有の強度に加えて、マイクロメートルスケールにおける微視組織要素(結晶粒界、析出物、第二相やそれらと母相との界面など)の特性に支配されている。したがって、強度、靱性、信頼性に優れる安全・安心な構造材料を開発するためには、材料を構成している微視組織要素の機械的性質や、降伏から破壊に至る局所的な変形挙動(例えば、界面におけるポイドの発生とその成長、連結)を計測し、それに基づいて材料組織の階層的な設計をマルチスケール的に行うことがきわめて重要となる。しかしながら、現在に至るまで複相金属材料の階層的な微視組織と局所的な変形機構に関して実験結果に基づいた研究は十分に行われていない。この一因としては、材料構成組織のような微小領域の機械的性質(強度、靱性、疲労特性)や微視的変形挙動を動的に測定する試験法が確立されておらず、また、その結果を強靱化設計へと応用するための解析手法が確立していないためである。したがって、マルチスケール的な材料強靱化設計を行うためには、構成組織要素及び界面での局所的な強度、変形挙動を直接計測する必要がある。

一方、研究代表者らは、MEMS デバイスやマイクロマシン用材料の機械的性質を評価するために、ミクロンサイズの超微小試験片に対して、引張、圧縮、曲げ試験が行える材料試験機ならびに試験法を世界に先駆けて開発するとともに、薄膜材料に対する引張試験、疲労試験等の国際規格を策定してきた。これまでに開発した試験装置や試験規格は、MEMS デバイス用微小寸法材料の破壊靱性、疲労き裂伝播挙動の解明に大きな威力を發揮してきた。さらに、研究代表者らは白色干渉計と微小材料試験機を組み合わせることにより、人工的なマーカーを付加することなく微小領域の変位及び歪が計測できる手法の開発を進めている。この方法を利用すると、複相材料の局所的な変形挙動を高精度に、その場観察することが可能となる。

### 2. 研究の目的

本研究では、実用上重要となる複相金属材料の各構成相及び界面の微視的・局所的変形メカニズムを解明するため、材料中の階層的な微視構成組織の局所的な変形挙動を観察・計測する試験法を開発するとともに、開発した手法を用いて、代表的な複相合金として、DP 鋼、Mg-Zn-Y 合金の降伏、加工硬化、破壊過程における各構成組織ならびに相界面における変形機構を明らかにする。さらに、これらの結果を統合してマルチスケール的な材料強化設計の指針を確立させることを目的とする。

### 3. 研究の方法

本研究では、前述の目的を達成するため、以下に示す方法で研究を行った。

まず、マイクロ材料試験において、目的とする微視組織の局所的な変形挙動をその場観察できるように現有試験機の改良を行うとともに、微小試験片の表面変位を白色干渉計により計測し、局所的な微小領域のひずみ及びその分布を計測する手法の開発を行った。また、改良した試験機を用いて、単相材料(延性材料として、金テープを使用)を用いた予備的な試験を行い、試験装置の検証を行った。

次に、組織形態の異なる複相金属材料として、DP 鋼及び Mg 合金の局所的な組織領域から切り出した微小引張試験片に対して、降伏、加工硬化、破壊までの局所領域における変形挙動の測定を行い、計測手法の確立を目指した。さらに、これら二相金属材料における降伏から破壊までの局所変形メカニズムの解明を行うとともに、強靱化設計への検討を試みた。

### 4. 研究成果

上述の方法にしたがって研究を行い、得られた結果を以下に示す。

#### (1)微小領域におけるひずみ分布計測法の開発

研究代表者らは、白色干渉を利用して試験片表面の特徴点を利用して微小試験片に人工的な標点をつけることなく、歪の計測が行える装置の開発を行ってきたが、本研究ではある特定の局所領域における変形ならびに歪み分布を計測する必要がある。そのため、白色干渉法を利用した新たな歪解析法の開発を行った。

まず、図1に模式的に示すように、白色干渉法により計測した試験片平行部表面に存在する微小な凹凸(数 nm 程度)を変形・歪計測のための特徴点として抽出し、組織に対応した画像データから析出物等の位置を同

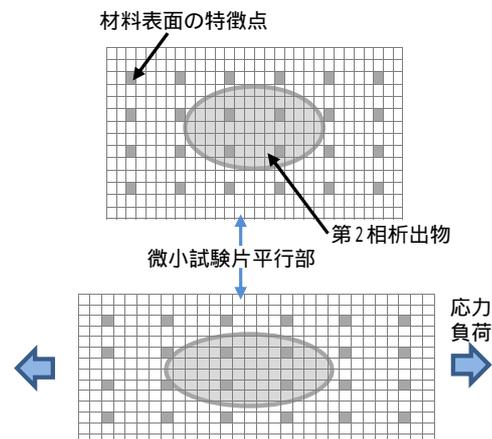


図1 複相金属材料微小試験片表面における微小な凹凸を特徴点とし、その移動を白色干渉計により計測することで、人工的なマーカーを付加することなく、母相及び第2相析出物ならびにその界面における面内、面外方向の局所的な変形・歪を計測できる。

定する。次に、試験片に荷重を負荷し、図 1 に示すように特徴点の移動を白色干渉計で計測し、その移動距離を求める。これらの移動距離より、組織と対応した微小領域の変形を記録することで、人工的なマーカーを付加することなく、試験片の面内及び面外方向に対する変形とその場観察と局所的な歪の計測が可能となる。

上記の手法を検証するために、厚さ 10 $\mu\text{m}$  の金テープに FIB 加工で切欠きを導入し、応力集中部を形成した試験片を準備した。このテープにマイクロ材料試験装置を用いて引張負荷を与え、切欠き先端部を白色干渉計で計測し、特徴点を複数選択して、その移動距離からひずみの分布を計測した。

図 2 に切欠き先端部の引張方向に対する垂直ひずみの分布を示す。計測されたひずみ分布は、破壊力学に基づいて算出される切欠き先端のひずみ分布の理論的な形状にきわめて近い。この結果から本計測法により、微小領域のひずみ分布計測が可能であることが示された。

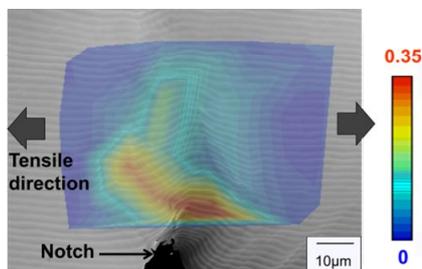


図2 金テープの切欠き先端における歪分布

## (2) DP 鋼の変形挙動

DP (Dual Phase) 鋼はフェライトとマルテンサイトの二相組織を有していることから、強度と延性のバランスに優れている。そのため、輸送機器の材料として広く利用されている。しかし、構成相であるフェライトとマルテンサイトで変形能が異なるため、変形挙動も不均一変形及び破壊を生じることが予測される。また、DP 鋼はプレス、打ち抜き加工を行って使用されることから、延性破壊機構の解明が急がれている材料である。そこで、本研究では、フェライト、マルテンサイトを含む領域から微小試験片を切り出し、マイクロ引張試験を行うことで、DP 鋼の変形・破壊挙動の解明を行った。

供試材には 590 MPa 級の DP 鋼を用いた。この鋼を約 20  $\mu\text{m}$  の厚さになるまで研磨した後、FIB を用いて平行部寸法 50  $\times$  20  $\times$  20  $\mu\text{m}^3$  の微小引張試験片を作製した。その際、平行部にフェライトとマルテンサイト界面が含まれるようにした。また、変形挙動に及ぼすマルテンサイトの体積分率 (Vm) の影響を調べるため、試験片平行部における Vm を 15%~30% になるように変化させた。引張試験は(1)で開発した試験機を用い、室温、大気中にて負荷速度 0.1  $\mu\text{m s}^{-1}$  で行った。

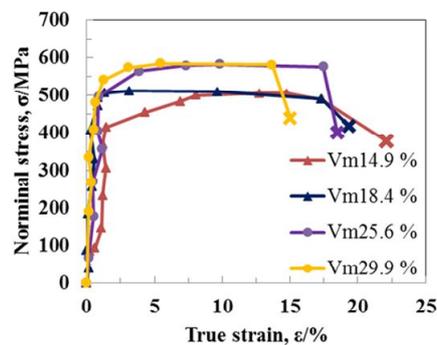


図3 DP鋼のマイクロ引張における応力 - ひずみ曲線

引張試験の結果を図 3 に示す。試験片平行部の Vm の増加に伴い、引張強さは高くなるが、伸びは低下し、くびれを生じることなく破断した。引張変形に伴うフェライト/マルテンサイトの界面の変形挙動を白色干渉計で観察した結果の一部を図 4 に示す。マルテンサイトの体積分率が低い場合、マルテンサイトの周囲に存在するフェライトが局所的に変形することによりポイドが形成され、そこが起点となって破壊を引き起こしていた。一方、Vm が高い場合、フェライトとマルテンサイト界面の剥離によりポイドが形成され、破壊に至っていた。

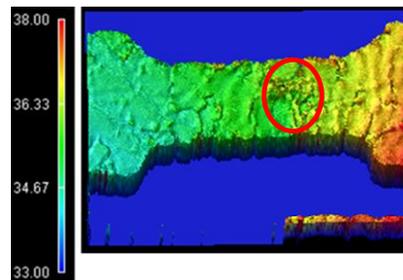


図4 DP鋼におけるフェライト/マルテンサイト界面における白色干渉像

以上のように、本研究で開発した試験法を利用することで、これまで詳細が不明であった DP 鋼の塑性変形及び破壊挙動を明らかにすることができた。

## (3) LPSO 相を含む二相 Mg 合金の変形挙動

長周期積層構造相(LPSO 相)を含有する Mg-Zn-Y 合金は、高強度、高耐熱性を示すことが報告されている。本合金は、-Mg 相と LPSO 相の二相から構成されており、LPSO 相が機械的性質の向上に寄与していることが知られているが、二相状態での微視変形挙動の詳細は知られていない。そこで、Mg-Zn-Y 合金鋳造押出材中から微小引張試験片を作製しマイクロ引張試験を行うことで、各構成相に加え、二相状態での変形・破壊挙動を調査した。

供試材には、Mg<sub>99.2</sub>Zn<sub>0.2</sub>Y<sub>0.6</sub> 合金(ほぼ -Mg 単相) Mg<sub>97</sub>Zn<sub>1</sub>Y<sub>2</sub> 合金(-Mg 母相と LPSO 相の二相組織)及び Mg<sub>88</sub>Zn<sub>5</sub>Y<sub>7</sub> 合金(ほぼ LPSO 相単相)の鋳造押出材を用いた。各押

出材の押出方向に垂直な面及び平行な面から FIB を用いて、 $50 \times 20 \times 20 \mu\text{m}^3$  の  $\alpha$ -Mg 単相試験片、LPSO 単相試験片、二相試験片を作製した。なお、引張方向が押出方向に垂直な試験片を V-type 試験片、平行な試験片を P-type 試験片と呼ぶ。引張試験は(2)と同様の手法で行った。

各試験片から得られた応力-変位曲線を図 5 に示す。 $\alpha$ -Mg 単相試験片における引張強さは V-type で約 180MPa、P-type で約 220MPa であるのに対して、LPSO 単相試験片では V-type で約 290MPa、P-type で約 450MPa と LPSO 単相試験片の方が高い引張強さを示した。二相試験片の引張強さは、V-type で約 230MPa、P-type で約 280MPa と各単相試験片の間の値を示した。また、 $\alpha$ -Mg 単相試験片が最も延性的に、LPSO 単相試験片が最も脆性的に破壊した。このことは、LPSO 相の体積率が増加するほど引張強さは増加するが、延性は低下することを示している。また、P-type 試験片の方が高い引張強さを示した。

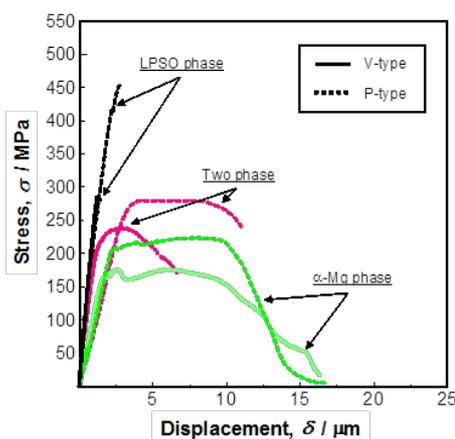


図 5 Mg-Zn-Y 合金における応力 - ひずみ曲線

ここで、P-type 試験片と V-type 試験片の引張強さの比 ( $UTS_{P\text{-type}}/UTS_{V\text{-type}}$ ) を考えると、LPSO 単相試験片が 1.6 で最も高く、 $\alpha$ -Mg 単相試験片が 1.2 と最も低い。本試料に対して TEM 観察を行うと、底面が押出材の円周方向に揃う集合組織が確認された。集合組織の配向と引張方向を考慮すると、P-type 試験片では常に引張方向と LPSO 相の c 軸は垂直の関係にあり、このような配向組織のときに高い引張強さを示すことが推測される。引張破断部付近の TEM 観察を行った結果、a 転位が観察された。a 転位は LPSO 相よりも、 $\alpha$ -Mg 相で多数観察されたことから本合金の変形は主に  $\alpha$ -Mg 相領域が担っていることが推察される。

上記のように、マイクロ引張試験法を用いることで、Mg-Zn-Y 合金の各構成相及び二相合金の機械的性質及び変形挙動を調査することができた。この成果により、本合金に対する強化設計の指針を得ることができた。

#### (4) 成果のまとめ

複相金属材料の変形挙動については、微視スケールでしかも局所的な変形挙動を直接的に計測する手段がなかったために、その解明が遅れている。本研究によりこれまで未解明であった複相金属材料における局所的な変形挙動及びメカニズムを明らかにすることができた。この成果は、複相材料の変形機構の理論構築に大きく寄与できるものである。また、本研究で得られた成果は、材料組織から機械的性質を予測するためのデータベースを構築するための基本データと成り得るものである。今後の材料開発においては、このようなデータベースを基にした計算機援用の材料強化設計が重要となることが予測されており、本研究の成果はその中核をなすもので、今後の材料開発に欠くことのできない機械的性質評価法の一つとなるものである。また、マルチスケールシミュレーションにおいても、本研究の成果を活用することができ、これによりシミュレーション精度の大幅な向上が期待できる。以上のように、本研究成果の工学的価値はきわめて高く、その応用範囲もきわめて広い。

#### 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 6 件)

Y. Mine, H. Takashima, M. Matsuda, K. Takashima: Microtension Behaviour of Lenticular Martensite Structure of Fe-30 mass% Ni aAlloy, Mater. Sci. Eng. A, 618 (2014) 359-367. 査読有  
DOI: 10.1016/j.msea.2014.09.027

M. Matsuda, K. Yamashita, S. Tsurekawa, K. Takashima, M. Nishida: Ductility Enhancement in CoFeNi Alloys by Microstructural Control, Intermetallics 52 (2014) 124-130. 査読有  
DOI: 10.1016/j.intermet.2014.04.004

Y. Mine, H. Yoshimura, M. Matsuda, K. Takashima, Y. Kawamura: Microfracture behaviour of extruded Mg-Zn-Y alloys containing long-period stacking ordered structure at room and elevated temperatures, Mater. Sci. Eng. A, 570 (2013) 63-69. 査読有  
DOI: 10.1016/j.msea.2013.01.069

M. Matsuda, Y. Iwamoto, Y. Morizono, S. Tsurekawa, K. Takashima, M. Nishida: Enhancement of ductility in B2-type Zr-Co-Ni alloys with deformation-induced martensite and microcrack formation, Intermetallics, 36 (2013) 45-50. 査読有  
DOI: 10.1016/j.intermet.2013.01.008

Y. Mine, K. Hirashita, H. Takashima, M. Matsuda, K. Takashima: Micro-tension behaviour of lath martensite structures of carbon steel, Mater. Sci. Eng. A, 560 (2013) 535-544. 査読有  
DOI: 10.1016/j.msea.2012.09.099

Y. Shimada, Y. Kayamori, S. Nishida, M. Matsuda, K. Takashima: Micromechanical Characterisation of Microstructure in Weld Heat Affected Zone of Structural Steel, Key Engineering Materials, 525-526 (2012) 585-588. 査読有  
DOI:10.4028/www.scientific.net/KEM.525-526.585

[学会発表](計19件)

黒田晃斗、峯洋二、高島和希、堀田善: マイクロ引張試験による微細流チタンの変形挙動の観察、日本金属学会九州支部・日本鉄鋼協会九州支部・軽金属学会九州支部平成26年度合同学術講演大会、2014.6.7、九州大学(福岡県・福岡市)

Y. Mine, T. Ideguchi, K. Takashima, Z. Horita, J-M. Olive: Hydrogen Effect on Deformation Behaviour of Type 304 Austenitic Stainless Steel Processes by High-Pressure Torsion at Warm Temperature, The 6<sup>th</sup> Int. Conf. on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation, 2014.6.30-7.04, Metz (France)

K. Kwak, H. Takashima, Y. Mine, K. Takashima, Mechanical Characterization of Hierarchical Microstructure in Lath Martensite Structure Using Microtension Testing, Int. Conf. on Martensitic Transformation 2014, 2014.7.6-11, Bilbao (Spain)

小原直也、峯洋二、高島和希: ベイナイト/MA組織鋼におけるマイクロ材料試験、日本鉄鋼協会第168回秋季講演大会、2014.9.24-26、名古屋大学(名古屋市・愛知県)

峯洋二、高島和希: 鉄鋼材料を構成する微視組織要素のマイクロ引張挙動、日本鉄鋼協会第168回秋季講演大会、2014.9.24-26、名古屋大学(名古屋市・愛知県)

Y. Mine, K. Takashima: Micromechanical Characterization of Hierarchical Micro/Nano Structures in Steels, 2014.11.3-6, Kansai Seminar House (Kyoto).

郭光植、峯洋二、高島和希: ラスマルテンサイト構成組織におけるマイクロ引張挙動の結晶塑性解析、日本鉄鋼協会第169回春季講演大会、2015.18-20、東京大学(東

京都)

川島賢士、峯洋二、高島和希: マルテンサイト系ステンレス鋼の変形挙動に及ぼす含有オーステナイトの影響、日本鉄鋼協会第169回春季講演大会、2015.18-20、東京大学(東京都)

高島和希、峯洋二: 金属材料を構成する階層微視組織の力学特性評価、日本鉄鋼協会第167回春季講演大会、2014.3.21-23、東京工業大学(東京都)

郭光植、峯洋二、高島和希: マルテンサイトの階層的微視組織のマイクロ引張試験、日本鉄鋼協会第167回春季講演大会、2014.3.21-23、東京工業大学(東京都)

N. Ohara, Y. Mine, K. Takashima: Micro-Tension Behavior of Lath Martensite Structures in Fe-C Steels, THERMEC 2013, 2013.12.2-7, Las Vegas (U. S. A.)

高島和希: マイクロ材料試験とその応用、日本塑性加工学会北陸支部第68回技術懇談会、2013.9.20、福井高等専門学校(鯖江市、福井県)

小原直也、峯洋二、高島和希: 中炭素鋼ラスマルテンサイトの強度に及ぼすブロック境界の影響、日本金属学会2013年秋期大会、2013.9.17-19、金沢大学(金沢市・石川県)

高島大樹、峯洋二、高島和希: ラスマルテンサイト鋼におけるマイクロ引張試験: 日本金属学会九州支部・日本鉄鋼協会九州支部・軽金属学会九州支部平成24年度合同学術講演大会、2013.6.9、熊本パレオホール(熊本市・熊本県)

高島和希、峯洋二: Mg-Zn-Y合金における長周期積層構造相のマイクロ引張挙動、日本金属学会2013年春季講演大会、2013.3.27、東京理科大学(東京都)

小原直也、峯洋二、高島和希: 炭素鋼ラスマルテンサイトのマイクロ引張挙動、日本金属学会2012年秋期講演大会、2013.3.28、東京電機大学(東京都)

高島大樹、峯洋二、高島和希: 鋼のラスマルテンサイトにおけるマイクロスケール引張挙動、日本金属学会2012年秋期講演大会、2012.9.17、愛媛大学(松山市・愛媛県)

K. Takashima: Observation of Deformation Behavior in Micro-Sized Specimens by White-Light Interferometry, The 4th Inter-

national Workshop on Materials Issues for  
MEMS/MST Devices, 2012.6.4, Shenyang  
(China)

〔その他〕

ホームページ等

<http://www.msre.kumamoto-u.ac.jp/~sentan/>

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

高島 和希 (TAKASHIMA, Kazuki)

熊本大学・大学院自然科学研究科・教授

研究者番号：60163193

### (2) 研究分担者

松田 光弘 (MATSUDA, Mitsuhiro)

熊本大学・大学院自然科学研究科・准教授

研究者番号：80332865

峯 洋二 (MINE, Yoji)

熊本大学・大学院自然科学研究科・准教授

研究者番号：90372755