

令和 3 年 6 月 6 日現在

機関番号：17102

研究種目：基盤研究(C)（一般）

研究期間：2018～2020

課題番号：18K04751

研究課題名（和文）ナノスケールマーキングによる局所塑性ひずみの統計的評価法の確立

研究課題名（英文）Establishment of Numerical Method of Local Plastic Strain by Nanoscale 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） 3,400,000円

研究成果の概要（和文）：深海底敷設用ラインパイプに使われる複相鉄鋼材料において、荷重反転に伴う降伏応力低下現象に及ぼす材料内部の塑性変形状態の影響を検討し、負荷方向を逆転させると局所変形領域でひずみが回復するという特異な現象を発見した。一方、自動車用複相鋼において、強化に寄与するマルテンサイトが、弾性変形域のみならず塑性変形開始後も加工硬化に寄与していることが明らかとなった。また、その効果はマルテンサイトの体積率が大きくなると変形早期に飽和する傾向を示した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

学術的には、材料の内部組織を複相化することで、どのように変形の不均一が助長され、それが材料の力学特性の向上に如何に寄与するかについて多くの知見が得られた。また、実用的には、ラインパイプに使われる複相鉄鋼材料の荷重逆転による降伏応力低下のメカニズムが解明され、自動車用複相鋼における強化組織の役割が明確化されたことにより、新たな材料開発指針を得るとともに、TRIP鋼などの他の材料種への知見の応用が示唆された。

研究成果の概要（英文）：In dual-phase steels used in line pipes for laying deep-sea bottoms, the effect of the plastic inhomogeneity on the yield stress drop with load reversal was investigated, and the peculiar phenomenon of strain recovery in the local deformation region was found when the loading direction was reversed.

On the other hand, in dual-phase steels for automotive applications, it was found that martensite, which contributes to strengthening, contributes to work hardening not only in the elastic deformation region but also after the onset of plastic deformation. The effect tended to saturate early in deformation when the volume fraction of martensite increased.

研究分野：結晶性材料における力学物性に及ぼす内部組織の影響および内部組織の形成過程

キーワード：転位論 力学物性 集合組織 変形微視組織

1. 研究開始当初の背景

結晶粒を細かくして結晶粒界を増やす、母相中に硬い第二相を分散させる、といった手法は最近の材料強化法の主流である。先端的な実用金属材料では、その結晶粒径が数ミクロン程度にまで細かくされ、さらに十数%の第二相を含ませる。これにより、金属結晶の変形抵抗が増加し、材料は強化されることになる。この抵抗の増大には、金属結晶内部の変形の不均一性が関与している。引っ張られた金属材料は巨視的には均一に変形していく。しかし、一方で微視的には、結晶内部の格子欠陥(転位)が不均一に蓄積されることで、材料内部に局所的なひずみの勾配が生じ、これが新たな変形抵抗となる。

従って、金属材料のさらなる力学特性の向上を図るには、微視的な変形の不均一をどのように捉え、これを定量化するかが、その重要な鍵となる。

以上述べたような、塑性変形の不均一性とそれが変形抵抗に及ぼす影響に関しては、過去に多くの研究がある。その中には、変形量の増大に伴い結晶内部の転位蓄積がどのように進むか、透過電子顕微鏡を用いて観察したもの、さらには、それらがマクロな力学特性にどう影響するかといったものも含まれる。しかし、それらは材料中のごく微小な箇所のみから得られた知見であり、その隣接領域ひいては材料全体について、各々の局所領域がどのような変形をしているか、定量的に実測して検討した研究例はこれまで存在しない。

2. 研究の目的

電子線リソグラフィ、および集束イオンビーム法(FIB法)は平滑表面に微細なマーカーを均一に作製する手法として優れている。このため、変形前にこの手法でマーキングを施し、変形後にマーカーの変位を追跡することで、材料各所における不均一変形挙動を捉えることができる。しかし、一方で、ナノメートルオーダーのマーカーの変位によるひずみ0.1%の変化を十分に小さな誤差で捉えるには、高倍率(4000倍以上)と高分解能(2048dpi以上)の両立が必要となる。この精度でマーカーの変位を捉えるには、高解像度を有する走査電子顕微鏡法(scanning electron microscopy: SEM)を用い、高倍率で多くの像を取得する必要がある。本研究のユニークな点は、SEM観察と画像処理ソフトウェアを組み合わせることで、ナノオーダーレベルで局所変形状態の情報を得ることにある。マーカーによる膨大な測定点数を以って、材料の変形初期から後期に至る過程での不均一変形を、いろいろな変形段階で逐次的に追跡し、その挙動をトータルに把握できれば、局所塑性変形の特徴を示すこれまでに例の無い成果の得られることが期待される。

3. 研究の方法

本研究の主眼である電子線リソグラフィプロセス(図)は、(1)基板となる引張試験片へのレジスト塗布、(2)SEMによるレジストへのマーカー図形描画、(3)現像処理、(4)金属蒸着、(5)レジストの除去、(6)マーカー形成確認、の6段階の過程がある。それぞれの行程を最適化することでマーカーを材料表面へ付与

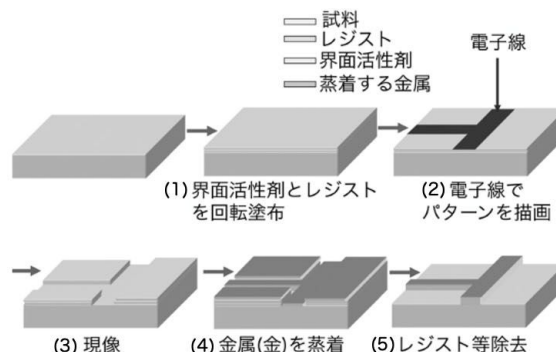


図1 電子線リソグラフィのプロセス

し、実際にマーカー変位を測定するSEM内でマーカー形成確認を行う。

平板状引張試験片を作製し、上記の手法で表面にマーキングを施す。この試験片を逐次的に変形させ SEM 内でマーカーの変位を捉える。また、画像処理によってマーカーの位置を定量的に算出し、各種ひずみの算出を行う。

4. 研究成果

(1) 深海敷設用パイプライン材料(フェライト-ベイナイト鋼)の引張変形による破断まで至るひずみ局在化の追跡

本研究では、フェライトに断面面積率 40%のベイナイトを含む鋼を用いた。この鋼の引張変形の過程で局所的なひずみがどのように蓄積されるのかわかるようにするため、表面にマーカーを付与した平板状試験片を用いて、局所ひずみ分布を捉えて可視化した。図 2 はこの試験片の応力ひずみ曲線を示す。ひずみ分布測定は図中の I から IV の 4 つの変形段階にて行った。応力ひずみ曲線において、変形段階 I と II は一様伸び領域、変形段階 III と IV は局所伸び領域にそれぞれ対応する。また、変形段階 III と IV では試験片外形より求めたひずみに対して、マーカーにより求めたひずみ平均値が数倍と大きかった。これは、局所伸び領域での変形の不均一が極めて発達したことを示している。図 3(a)~(d)はそれぞれ、引張変形段階 I から IV の、同一領域より得た局所ひずみ分布図である。図中の色はそれぞれの図右のひずみ値のカラーコードに対応している。引張方向は図の水平方向であり、図中の白線はフェライトとベイナイトの界面を示す。また、図中の黒線については後に言及する。

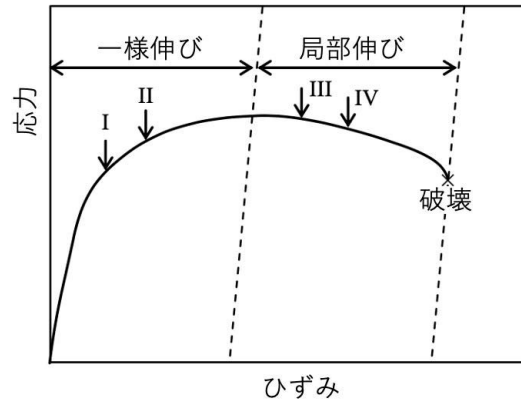


図 2 フェライト-ベイナイト鋼の応力ひずみ曲線。

図 3 より、中央のベイナイトの右側界面に接するフェライトにおけるひずみが 0.1 程度であり、これはこの測定視野より得た平均値の約 4 倍の値であった。このフェライト領域における局所ひずみは、図 3(b)-(d)で示されるように、引張の進行とともに優先的に増加していき、ひずみの集中域は引張方向に対して 45 から 60 度に傾いた方向に、ベイナイトの間を縫うように伸びている。また、図 3(b)では図の左側のフェライトにおいてもひずみが集中し始め、この位置を中心とするひずみ集中域が右側の領域と同様に斜めに広がっていることがわかる。なお、このひずみ分布図では、変形前のどの箇所のひずみが局所的に変化するのかわかるように、引張変形の進行に伴う形状変化を反映させていない。一方、図 3(b)より、この変形段階でベイナイト内部にもひずみ集中域が帯状に現れ、フェライトと同様に、変形の一旦集中した領域において引張によりさらにひずみが増大する傾向のあ

図 3 より、中央のベイナイトの右側界面に接するフェライトにおけるひずみが 0.1 程度であり、これはこの測定視野より得た平均値の約 4 倍の値であった。このフェライト領域における局所ひずみは、図 3(b)-(d)で示されるように、引張の進行とともに優先的に増加していき、ひずみの集中域は引張方向に対して 45 から 60 度に傾いた方向に、ベイナイトの間を縫うように伸びている。また、図 3(b)では図の左側のフェライトにおいてもひずみが集中し始め、この位置を中心とするひずみ集中域が右側の領域と同様に斜めに広がっていることがわかる。なお、このひずみ分布図では、変形前のどの箇所のひずみが局所的に変化するのかわかるように、引張変形の進行に伴う形状変化を反映させていない。一方、図 3(b)より、この変形段階でベイナイト内部にもひずみ集中域が帯状に現れ、フェライトと同様に、変形の一旦集中した領域において引張によりさらにひずみが増大する傾向のあ

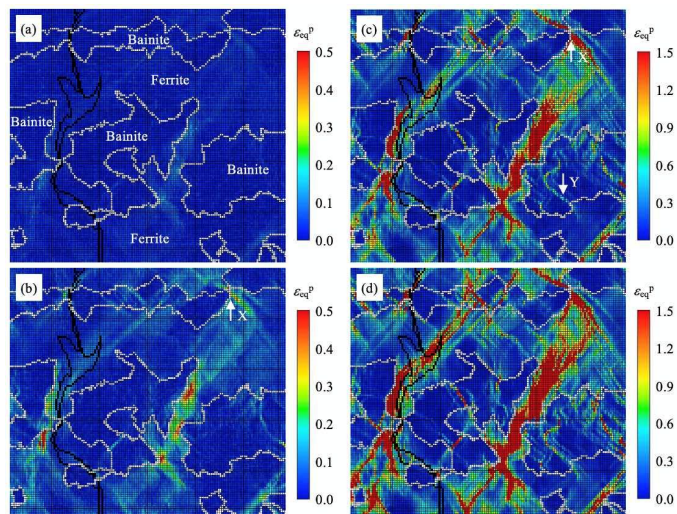


図 3 図 2 の各変形段階におけるひずみ分布

ることがわかる。また、図 3(c), (d) に示されるように、ベイナイトにおけるひずみ集中域は、フェライトの変形部のように幅方向に広がらず狭い帯状領域に限られる傾向がある。

図 4(a), (b) はそれぞれ、変形段階 II と III における同一視野の SEM 像である。この視野は図 3(b) 中の矢印 X で示したベイナイトとフェライトの界面を含む領域に対応する。図 4(a) 中左側にマーカーが変形せず矩形を保っている箇所が見られ、この領域がベイナイトである。図中のこのベイナイトの右側の界面近傍でフェライトが大きく変形している。引張が進むと図 4(b) に示すように、フェライトの変形が極めて大きくなり、白矢印で示すようにマーカーの見られない材料内部が現れていることから、ポイドが発生したものと考えられる。

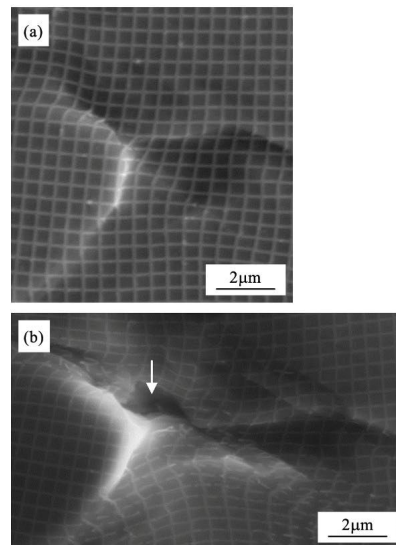


図 4 図 2 の II, III における同一視野の SEM 像。

図 4(b) は引張試験片の局所伸び領域に対応する変形段階において得た像であり、引張変形の塑性不安定段階で、ポイドがベイナイトとフェライトの界面において発生していることがわかる。以上示したように、軟かいフェライトと比較的硬いベイナイトを複合させた鋼では変形の不均一が著しい。この変形の不均一は、引張変形において最大荷重を示すまでの一様伸びの間には加工硬化に寄与し、材料強度を向上させる働きを持つ。一方、最大荷重点以降の局所伸びでは、不均一なひずみの集中がポイド発生をもたらす破断位置を決定させることになる。変形の不均一は内部組織の分布状態に大きく依存することが今回明らかとなり、類似鋼種の開発指針を示すことができた。

(2) 自動車用複相鋼における加工硬化挙動に及ぼす強化相の役割

本研究では、フェライトに様々な体積率のマルテンサイトを含む鋼を用いた。マルテンサイトは強化相として複相鋼の力学特性を向上させる、マルテンサイトの複相鋼における体積率の相違が引張変形時の加工硬化にどのように影響するのか明らかにするため、表面にマーカーを付与した平板状試験片を用いて、局所ひずみ分布を捉えて可視化した。

最初に、微細マーカー法を使って引張ひずみ付与に伴う局所ひずみ分布を捉えた例を示す。図 5(a), (b) はそれぞれ、マルテンサイト分率 50% の鋼における引張ひずみ 0.26 でのマルテンサイトを含む視野の SEM 像とマーカーの変位より得た相当塑性ひずみ分布を示す。このときの引張ひずみはこの視野における相当塑性ひずみの平均として求めた。また、図(b)は、変形前の矩形マーカー図中に図右に示すひずみのカラースケールによりひずみ分布を示したものである。図中の白い破線で囲まれた領域がマルテンサイトに対応する。図(a)より、マルテンサイト内部ではマーカーがわずかに変形しているものの、これに比べてフェライト領域におけるマーカーの歪みの非常に大きいことがわか

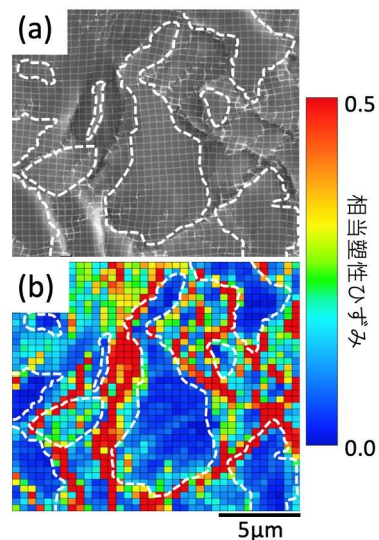


図 5(a) マルテンサイト 50% 鋼の SEM 像, (b) 同ひずみ分布。

ることがわかる。また、図 3(c), (d) に示されるように、ベイナイトにおけるひずみ集中域は、フェライトの変形部のように幅方向に広がらず狭い帯状領域に限られる傾向がある。

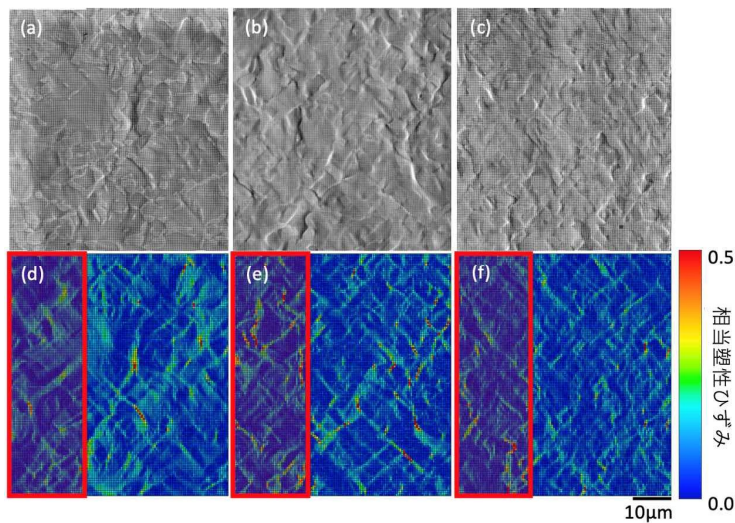


図6 マルテンサイト分率(a)25%(b)50%(c)75%鋼のSEM像。(d)(e)(f) 同ひずみ分布

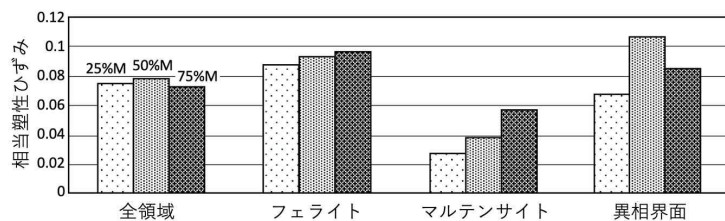


図7 引張ひずみ 0.073-0.078 における各組織のひずみ平均。

る。これに対応して、図(b)では、マルテンサイトに比べてフェライト内部でのひずみ値の大きいことが示されている。また、特に、フェライト領域でのマルテンサイトとの界面近傍において、ひずみが0.5であるような、とても大きな値に達する様子が現れている。

図6(a)~(c)はそれぞれ、マルテンサイト分率が25, 50, 75%の鋼における、引張ひずみ0.7~0.8とほぼ同程度の変形量におけるSEM像を示す。いずれの像においても、塑性変形に伴う表面起伏が発生しており、そのため、各結晶粒が明瞭に見られる。また、結晶粒によってはまわりに比べて平坦に見えるものもある様子がわかる。一方、図6(d)~(f)はそれぞれ、上図と同じ視野における相当塑性ひずみ分布図である。ひずみの大きな箇所は帯状に連結しており、その方向は引張方向(図の水平方向)に対して、ほぼ斜め45°に傾斜している。この帯状の大ひずみ領域の発生間隔は、マルテンサイト分率が大きくなるにつれて、小さくなる傾向が見られる。また、図(e)に示されるように、特にマルテンサイト分率50%の材料において、ひずみが0.5と大きな箇所の数の多い様子がわかる。フェライトやマルテンサイトといった各組織が担うひずみを明らかにするために、これらのひずみ分布図より、各組織におけるひずみの平均値を求めた。

図7は、図6のひずみ分布図より、その特徴が顕著に現れている赤枠内の領域のひずみ値を使って、各組織におけるひずみ平均値を求めたものである。マルテンサイト分率が25, 50, 75%と異なるものの、解析した領域における相当塑性ひずみ(引張ひずみに相当)の大きさは、それぞれ、0.075, 0.078, 0.073と、ほぼ同様であった。また、フェライトにおけるひずみ平均値は、各鋼で変化が大きい、マルテンサイト分率が大きくなるほど、フェライトの担うひずみはやや増加する傾向がある。一方、マルテンサイトにおけるひずみ平均値は、マルテンサイト分率の増加に伴って顕著に増えることが示されている。また、図中の異相界面におけるひずみ平均は、マルテンサイト分率50%の鋼で最大であり、マルテンサイト分率がこれより小さくても大きくても、異相界面のひずみは減少する傾向がある。このように、本研究では、マルテンサイトが複相鋼の加工硬化に寄与するが、一方で、体積率の大きな鋼ではマルテンサイトの塑性変形への寄与も大きくなることを実験的に明らかとした。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計6件（うち査読付論文 6件 / うち国際共著 0件 / うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 田中将己, 真鍋敏之, 森川龍哉, 東田賢二	4. 巻 105
2. 論文標題 伸線パーライト鋼におけるデラミネーション発生メカニズム	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 鉄と鋼	6. 最初と最後の頁 155-162
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2355/tetsutohagane.TETSU-2018-106	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 -
1. 著者名 奥山彫夢, 田中将己, 大橋鉄也, 森川龍哉	4. 巻 105
2. 論文標題 第二相粒子が不均一に分散する合金の力学負荷応答に関するモデリングと結晶塑性解析	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 鉄と鋼	6. 最初と最後の頁 163-172
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2355/tetsutohagane.TETSU-2018-098	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 -
1. 著者名 Masaki Tanaka, Yukihiro Hayashi, Yelm Okuyama, Tatsuya Morikawa and Kenji Higashida	4. 巻 60
2. 論文標題 Change in Slip Mode with Temperature in Ti-0.49mass%O	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Materials Transactions	6. 最初と最後の頁 80-85
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2320/matertrans.M2018251	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 -
1. 著者名 Bhargavi Rani Anne, Masaki Tanaka, Tatsuya Morikawa	4. 巻 60
2. 論文標題 Temperature dependence of activation enthalpy for yielding in bimodal Ti-6Al-4V	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Materials Transactions	6. 最初と最後の頁 1828-1832
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2320/matertrans.ME201902	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 -

1. 著者名 Tatsuya MORIKAWA, Shimpei YOSHIOKA, Masaki TANAKA, Yuki TOJI and Kohei HASEGAWA	4. 巻 61
2. 論文標題 Analysis of Work Hardening Behavior in Ferrite-Martensite Dual-phase Steels Using Micro-grid Method	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 International ISIJ	6. 最初と最後の頁 625-631
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2355/isijinternational.ISIJINT-2020-616	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 -

1. 著者名 T Morikawa, R Kurosaka, M Tanaka, T Ichie and K Murakami	4. 巻 1121
2. 論文標題 Observation of Inhomogeneous Deformation in a Cold-Rolled Ti-added Ultra-Low Carbon Steel using High-Precision Markers Drawn by Focused Ion Beam	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Materials Science and Engineering	6. 最初と最後の頁 12008
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1088/1757-899X/1121/1/012008	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 -

〔学会発表〕 計15件 (うち招待講演 1件 / うち国際学会 1件)

1. 発表者名 森川龍哉, 田中將己
2. 発表標題 鉄系材料における冷間圧延に伴う優先結晶方位の発達と粒内ひずみ分布
3. 学会等名 日本金属学会第3回金属・無機・有機材料の結晶方位解析と応用技術研究会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 黒坂隆太, 田中將己, 森川龍哉
2. 発表標題 冷延鋼板における局所ひずみ分布の微細マーカー法による直接観察
3. 学会等名 日本鉄鋼協会第178回秋季講演大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 森川龍哉, 田中將己, 黒坂隆太, 安田恭野, 嶋村純二
2. 発表標題 単軸繰り返し変形させた複相鋼の不均一変形挙動
3. 学会等名 日本鉄鋼協会第178回秋季講演大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 富山耕介, 田中將己, 森川龍哉
2. 発表標題 低温焼戻しラスマルテンサイト鋼における変形・破壊メカニズム
3. 学会等名 日本鉄鋼協会第178回秋季講演大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 森川 龍哉, 田中 將己
2. 発表標題 微細マーカー法によるFe-Ni合金のマルテンサイト変態に伴うひずみ分布解析
3. 学会等名 日本機械学会M&M2019材料力学カンファレンス
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 齊藤宏明, 森川龍哉, 田中將己, 安田恭野, 嶋村純二
2. 発表標題 負荷反転繰り返し変形させた複相鋼における不均一変形挙動
3. 学会等名 第61回日本顕微鏡学会九州支部学術講演会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Morikawa T., Tokunaga S., Tanaka M., Yoshie T., Murakami K.
2. 発表標題 Deformation structures and recrystallization behavior in a cold-rolled bicrystal of Fe-Al alloy
3. 学会等名 7th International Conference on Recrystallization and Grain Growth(ReX&GG) (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 森川龍哉, 加藤遼馬, 田中將己, 東田賢二
2. 発表標題 微細マーカ法によるFe-Ni合金のマルテンサイト変態に伴うひずみ分布の解析
3. 学会等名 日本顕微鏡学会第74回学術講演会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 黒坂隆太, 森川龍哉, 田中將己, 市江毅, 村上健一
2. 発表標題 冷延したTi添加極低炭素鋼における局所ひずみ分布の微細マーカ法による直接観察
3. 学会等名 平成30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
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 森川龍哉, 田中將己
2. 発表標題 BCC鉄系材料における優先結晶方位の発達と局所塑性ひずみ解析
3. 学会等名 日本金属学会第2回金属・無機・有機材料の結晶方位解析と応用技術研究会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 黒坂隆太, 森川龍哉, 田中將己
2. 発表標題 冷延したTi添加極低碳素鋼における局所ひずみ分布の微細マーカ法による直接観察
3. 学会等名 日本鉄鋼協会第176回秋季講演大会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 森川龍哉
2. 発表標題 Fe-Ni合金のマルテンサイト変態に伴うひずみ分布解析
3. 学会等名 日本鉄鋼協会第2回オーステナイトを含む複相鋼における不均一変形フォーラム
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 黒坂隆太, 森川龍哉, 田中將己, 市江毅, 村上健一
2. 発表標題 冷延したTi添加極低碳素鋼における局所ひずみ分布の微細マーカ法による直接観察
3. 学会等名 第60回日本顕微鏡学会九州支部学術講演会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 赤井周平, 森川龍哉, 田中將己, 市江毅, 村上健一
2. 発表標題 Ti添加極低碳素鋼における冷間圧延に伴う結晶粒分割追跡
3. 学会等名 日本金属学会第167回秋期講演大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 森川龍哉, 田中將己
2. 発表標題 一軸引張における変形の不均一の現象論的モデルと応力ひずみ応答の予測
3. 学会等名 日本鉄鋼協会第180回秋季講演大会
4. 発表年 2020年

〔図書〕 計1件

1. 著者名 伊藤聡, 田村亮, 津田宏治, 犬丸啓, 森川龍哉, 田中將己, 松本要	4. 発行年 2021年
2. 出版社 エヌ・ティー・エス	5. 総ページ数 277
3. 書名 マテリアルズ・インフォマティクス開発事例最前線	

〔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
研究分担者	田中 將己 (Tanaka Masaki) (40452809)	九州大学・工学研究院・教授 (17102)	
研究分担者	奥山 彫夢 (Okuyama Yelm) (50804655)	九州大学・工学研究院・学術研究員 (17102)	

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
---------	---------