

令和 4 年 6 月 14 日現在

機関番号：13904

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2019～2021

課題番号：19H02456

研究課題名(和文) 積極的集合組織制御を可能とするメソスケール組織変形支配因子と機構の解明

研究課題名(英文) Study about influence factors and mechanism of meso-scale microstructural deformation to achieve active controls of microstructural texture

研究代表者

小林 正和 (Kobayashi, Masakazu)

豊橋技術科学大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：20378243

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 12,400,000円

研究成果の概要(和文)：通常、内部塑性ひずみは計測困難である。本研究は、SPring-8の高輝度放射光を活用し、高分解能トモグラフィによる3D/4D非破壊測定・解析技術によって、添加元素量で圧延集合組織が変化する多結晶合金の内部塑性ひずみとミクロ組織を計測した。データ分析を行うことで、変形集中や集合組織変化を引き起こす支配因子にアプローチした。隣接結晶粒間の相互作用が重要であることが明らかになった。結晶塑性シミュレーション解析で、隣接結晶粒間の関係と変形集中や方位変化メカニズムを議論した。多結晶材料中の内部変形要因が明らかにされ、構造用金属材料の強度と延性両立のために、積極的な集合組織制御を可能とする礎を築いた。

研究成果の学術的意義や社会的意義

圧延は金属材料の生産工程で常用される手法であり、産業応用上重要なプロセスである。古くから研究も為されている故、多くの研究者が十分理解できているかと思われているかも知れない。しかし、実際は単に古典的理論が信じられているのみで、結晶塑性論の示すような結晶粒レベルの変形が圧延集合組織形成へ影響するかどうかは、高度な計測・解析技術が必要となるため調査が進んでいない。計測技術を有した我々が、放射光を利用して、そこにメスを入れ、結晶方位が要因で必ずしも優位な変形を起しているわけではないことを明らかにした。これは新たな結晶塑性理論の発達や集合組織制御に新しい展開を引き起こす引き金となるものである。

研究成果の概要(英文)：It is generally difficult to measure internal plastic strain in a deformed metal. In this study, internal plastic strain and microstructures were measured in the polycrystalline metal whose rolling texture is changed with amount of additive elements, by means of 3D/4D non-destructive inspection and analysis of high resolution X-ray CT utilizing synchrotron radiation in SPring-8. By data analysis, we approached controlling factors caused strain concentration and texture change. It was found that the importance is interaction between neighbor grains in aggregated grain structure. We discussed strain concentration and orientation change mechanisms that are related with different property of neighbor grains by using crystal plasticity simulation analysis. Since the factor that can be connected with concentration of internal deformation made clear for metals, the result of this study helps to build the base of method to control texture change positively to give both strength and ductility.

研究分野：材料組織解析

キーワード：結晶組織 局所ひずみ 集合組織 圧延 引張 三次元

1. 研究開始当初の背景

金属材料の代表的な加工法である圧延で形成される圧延集合組織は、純金属に合金元素を加えて合金化することで、「純金属型」から「合金型」へと徐々に変化することが知られている。この変化の材料組織学的な理解は、「固溶元素が転位交差すべりを抑制するため」であるが、結晶塑性理論に基づけば、圧延の優先方位形成には、結晶方位で決まったせん断ひずみが必要なため、合金化による集合組織変化は、それぞれの結晶粒のせん断ひずみ状態が、交差すべり抑制のため変化すると説明される。実際に、結晶塑性理論に基づいた変形集合組織予測モデルでは、個々の結晶粒のせん断塑性ひずみを任意に緩和する仮定を取り入れたシミュレーションが、合金型の集合組織形成をよく再現するとされており、結晶粒レベルのせん断塑性ひずみが集合組織形成に影響を与えることを示唆している。一方で、金属のミクロ組織を成す結晶粒は、結晶である故、弾・塑性変形能に方向異方性があり、かつ、互いに他の結晶粒と相互作用しながら、塑性変形中に隣の結晶粒との間に隙間ができないように、全ての結晶粒が隣接粒と調和しながら変形する。これは我々が簡単に想像できない程度に複雑である。さらに、材料内部の変形状態 (i.e. ひずみ発展) を簡単に知る計測手法がないために、優先的せん断変形が調和条件の中でどのように達成されるのかが不明で、せん断塑性ひずみが集合組織形成に必要な要素であるかどうか、さえもはっきりしていない。そのため、せん断塑性ひずみは、明確な物理量であるにも関わらず、集合組織の予測モデルにおいて、軽視され、現実組織を良好に再現させるために必要なフィッティング・パラメータの一つとなってしまう。力学特性の優れた材料の創成のために、積極的な集合組織制御を実現するためには、複雑な内部変形状態と集合組織形成の関係を解明する必要がある。

2. 研究の目的

本研究の目的は、産業的に重要な圧延プロセスにおける結晶組織レベルの具体的な集合組織形成メカニズムを明確にすること、多結晶材内部で生じるのメカニズムが周辺ミクロ組織の何に影響されるか、その支配因子を明らかにすることである。変形ひずみの計測は、画像相関法やグリッド法を用いれば、材料表面にて可能であり、そのような研究例はすでに存在する。しかしながら、材料内部と表面で応力状態(内部は3軸応力だが、表面は2軸応力なので表面での変形拘束が働かない)および結晶粒の形状(表面の結晶粒は、一部が研磨で取り除かれている)が異なるため、表面計測で十分とは到底考えられない。変形ひずみ計測は、隣接粒の相互作用下の三次元でないという意味がない。そこで、本研究では、非破壊検査手法であるSPring-8の高分解能放射光トモグラフィ(放射光CT, SR-CT)を活用する。内部不均一変形状態の三次元計測に研究代表者らの開発している内部塑性変形ひずみ3次元可視化手法(M. Kobayashi, et al.: Acta Mater. 56 (2008) 2167-2181.)を使用する。この手法は、多結晶材料内部で生じる塑性ひずみの不均一状態を三次元的に、その時間発展挙動までを含めて計測できる唯一の方法である。本研究では、多結晶金属材料に上記の三次元ひずみ計測とミクロ組織観察を行い、さらに、それらに基づく結晶塑性(CPFE)シミュレーションによりひずみと活動すべり系の解析を行う。そして、結晶組織レベルの具体的な集合組織形成時のメカニズムを明らかにする。これは、学術的に重要な個々の結晶粒の振る舞いの理解のためである。集合組織形成の要となる基本原理を得ることを目指す。さらに、結晶粒間の相互作用の変形集合組織形成への影響を明らかにするために、実測した多結晶組織の結晶粒組織間の相互作用関係をデータベース化して、近年著しく発展しているデータサイエンスによる分析手法を取り入れ分析を行うことで、変形集合組織形成メカニズムが周辺ミクロ組織の何により強く影響されるか、その支配因子を明らかにする。本研究以後の工学的な利用へ効果的に役立てられる知見を得る。

3. 研究の方法

本研究計画の実験用試料は、面心立方構造金属ですべり系が明確で、双晶変形も起こらず、弾性異方性が少なく良塑性加工性、さらには、変形組織が良く研究されているアルミニウム合金とする。アルミニウムにおいて、マグネシウムを段階的に添加(0%, 2%, 4%, 6%...)し、集合組織を純金属型から合金型へと変化させる。集合組織発達が顕著となる70%圧延から段階的に圧下率5%程度を加えて圧延し、内部局所塑性ひずみの発展を放射光CTで観察する。放射光による三次元塑性ひずみ計測のためのマーカーは鉛粒子を用いる。鉛はX線吸収が大きく、柔らかく、アルミニウムにほとんど固溶せず、金属間化合物もできない。放射光実験は、塑性ひずみ計測で必要となる分解能1 μm でトモグラフィ撮像が可能である放射光施設SPring-8を利用する。試料サイズは500 μm 角の微小棒材になるので、精密切断機を用いて準備する。X線エネルギーは20keVを利用する。各合金において、X線CTにより得られた変形前後の3D画像を二値化で、鉛マーカー粒子を抽出し、その重心座標を求めて、位置追跡することで、内部の局所塑性ひずみ(垂直ひずみ $\varepsilon_x, \varepsilon_y, \varepsilon_z$, せん断ひずみ $\gamma_{xy}, \gamma_{yz}, \gamma_{zx}$)を定量化・3Dマップ化する。圧延集合組織が徐々に異なる場合、内部せん断ひずみに違いがあるかどうか、その定量的な差はどの程度あるのか、を明らかにし、変形集合組織が異なる場合における多結晶材料変形に必要な隣接結晶粒間の

塑性拘束の違いや、せん断塑性ひずみが集合組織形成に必要な要素であるかどうか、を実験で確認する。

4. 研究成果

本研究では、事前に 30%、50%、70% まで圧延した試料、それぞれ、30%CR 材、50%CR 材、70%CR 材を SPring-8 で CT 撮像し、マグネシウム添加量を変化させたアルミニウム合金の圧延による内部ひずみ分布の変化を調査した。ここでは、Al-0%Mg の 30%CR 材および Al-5.7%Mg の 30%CR 材の内部ひずみを求めた結果を示す。なお、三次元局所ひずみ計測のために、材料には 0.5~1mass%Pb を加え、ひずみ計測用のマーカー粒子としている。計測できた局所ひずみをマップ化し、Al-0%Mg と Al-5.7%Mg の 30%CR 材で、それぞれ、14.5% および 15.6% の圧下量まで圧延した際において、ひずみ分布を比較した(図1および図2)。図1のように、板面方向(ND)および圧延方向(RD)において、RD から 30~40 度傾いた帯状のひずみ集中領域が観察できる。その密度は、Al-5.7%Mg の方が、Al-0%Mg に比べて高い。図2に示すように、圧延ロール軸方向に垂直な面(TD面)内のせん断ひずみにおいては、RD 方向の帯状のひずみ集中領域が観察できる。その帯状領域の幅は Al-0%Mg 材が広く、Al-5.7%Mg 材は狭かった。この傾向は、Mg 添加による影響ともとれるが、Al-0%Mg 材の結晶組織が Al-5.7%Mg 材に比べて粗大であり、Al-0%Mg 材の TD 面内せん断ひずみのせん断方向が偏っている(恐らく結晶方位の影響が大きい)ことから、粒径によるものとも、考察できる。組織サイズは同程度で Mg 添加量の異なる Al-2.7%Mg 材の解析結果との比較が必要である。

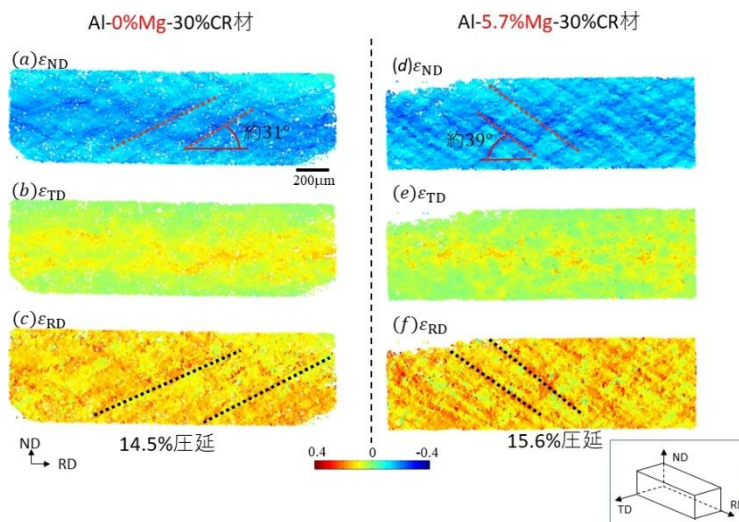


図1 垂直ひずみ

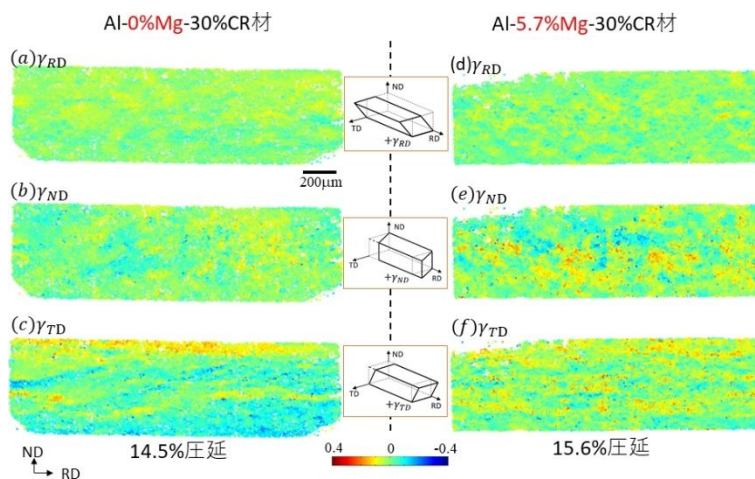


図2 せん断ひずみ

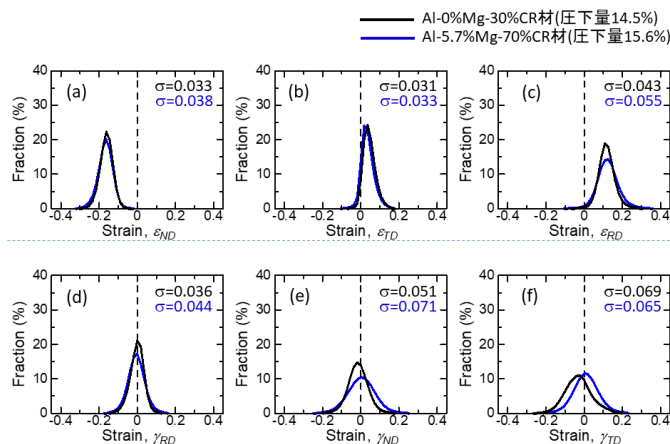


図3 各ひずみ成分の分布

図3に Al-0%Mg 材と Al-5.7%Mg 材の各ひずみ成分の分布を示す。図1および図2で示したように、空間的にはひずみ分布に違いが見られるが、ひずみ量による頻度分布で見ると、2つの材料における違いは少ない。(a)-(c)の垂直ひずみは、Mg量に依らずほぼ一致しているが、せん断ひずみにおいては、(e) γ_{ND} および (f) γ_{TD} に幾分の差が見られる。結晶塑性の理論によると、 γ_{ND} は Brass 方位、 γ_{TD} は Cu 方位の発達と関連づけられるため、本実験試料の集合組織の変化に対応するものかも知れない。圧延変形後の組織観察等を加えて、より詳細に検討する必要がある。

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 Kobayashi M., Zhang Y., Ishikawa H., Sun J., Oddershede J., Juul Jensen D., Miura H.	4. 巻 61
2. 論文標題 Investigation of Relationships between Grain Structure and Inhomogeneous Deformation by Means of Laboratory-Based Multimodal X-Ray Tomography: Strain Accuracy Analysis	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Experimental Mechanics	6. 最初と最後の頁 817 ~ 828
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1007/s11340-021-00701-0	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 Kobayashi Masakazu, Miura Hiromi	4. 巻 24
2. 論文標題 3D/4D characterization of strain distribution evolving within the microstructure during plastic deformation	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Current Opinion in Solid State and Materials Science	6. 最初と最後の頁 100835 ~ 100835
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.cossms.2020.100835	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1件（うち招待講演 0件/うち国際学会 1件）

1. 発表者名 Masakazu Kobayashi, Yubin Zhang, Haruki Ishikawa, Dorte Juul Jensen, Jun Sun, Jette Oddershede, Hiromi Miuraa1
2. 発表標題 Investigation of relationship between grain structure and inhomogeneous deformation by means of a laboratory-based multimodal X-ray tomography
3. 学会等名 The 19th International Conference on Textures of Materials (ICOTOM 19) (国際学会)
4. 発表年 2021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
研究分担者	三浦 博己 (Miura Hiromi) (30219589)	豊橋技術科学大学・工学(系)研究科(研究院)・教授 (13904)	

6. 研究組織（つづき）

	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	青葉 知弥 (Aoba Tomoya) (50757143)	木更津工業高等専門学校・機械工学科・准教授 (52501)	

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