

科学研究費助成事業（学術研究助成基金助成金）研究成果報告書

平成25年6月13日現在

機関番号：17701

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2011～2012

課題番号：23656437

研究課題名（和文） 同一視野ハイブリッド組織観察法の確立

研究課題名（英文） Development of hybrid microstructure observation method at and identical region

研究代表者

足立 吉隆 (ADACHI YOSHITAKA)

鹿児島大学・大学院理工学研究科・教授

研究者番号：90370311

研究成果の概要（和文）：金属材料中の弾性ひずみ、塑性ひずみの分布を、ミクロスケール及び平均値として測定する手法に挑戦し、局所的弾性ひずみをEBSD-Wilkinson法で測定する手法、局所的塑性ひずみをデジタル画像相関法で解析する手法、そしてバルク材料の中の平均的な弾性ひずみを中性子線回折法で測定する手法を、それぞれを連携させながら、構築した。これにより、多結晶金属材料中のひずみ分布が定量解析できるようになり、変形・破壊挙動の理解により迫ることを可能とした。

研究成果の概要（英文）：

Hybrid observation using EBSD-Wilkinson method, Digital Image Correlation(DIC), and neutron diffraction method have been developed to understand hierarchical deformation and fracture mechanism.

交付決定額

（金額単位：円）

| | 直接経費 | 間接経費 | 合計 |
|-------|-----------|---------|-----------|
| 交付決定額 | 2,550,000 | 765,000 | 3,315,000 |

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学／構造・機能材料

キーワード：階層性、ひずみ評価、応力分配、中性子線、電子線

1. 研究開始当初の背景

金属材料は原子、個々の転位、転位下部組織、サブ組織（マルテンサイト中のブロック、パケットなど）、結晶粒、集合組織、残留応力といった異なるスケールの階層組織を有している。多結晶材料の変形挙動はこれらのすべての組織が非加算則的に関係して最終的に応力-ひずみ曲線として表われる。個々の組織を評価する手法は種々開発されているが、同じ部位を評価していないために各階層の組織の相関関係の理解は十分ではないのが現状である。この階層性の理解を深めるためには、各階層の組織を、同一視野で、その場評価することが望まれる。

2. 研究の目的

電界放射型電子顕微鏡 (FESEM)-電子線後方散乱回折法 (EBSD) を用いて、(1) 転位を電子線チャンネルリングコントラスト法 (ECCI) で、(2) 結晶方位を EBSD 法で、(3) 塑性ひずみをパーティクルトラッキング法で、(4) 弾性ひずみを EBSD-Wilkinson 法で評価し、同一視野における全情報を取得する手法を構築することを目的とする。

3. 研究の方法

オーステナイト (γ) 系ステンレス鋼およびフェライトマルテンサイト二相鋼 (DP 鋼) を対象に、局所的に同一視野で弾性ひずみ、塑性ひずみ測定を行い、あわせて平均情報を中性子線回折により求める。

4. 研究成果

γ 系ステンレス鋼(SUS304)を用いた結果によると、結晶粒方位によって、引張方向に残留弾性ひずみが圧縮になる場合、引張になる場合がある(EBSD-Wilkinson法、図1(c))。結晶方位との関係(図1(a))に注目すると、残留弾性ひずみが圧縮になる結晶粒とは、引張軸方向に $\langle 110 \rangle$ 方位を向いた粒が多く、一方引張の残留弾性ひずみを示す粒とは、引張軸方向に $\langle 100 \rangle$ 方位を向いた粒が多い。 $\langle 111 \rangle$ 方位を向いた粒は $\langle 100 \rangle$ 粒と $\langle 110 \rangle$ 粒の中間的なふるまいを示す。この弾性ひずみ測定した部位と同一視野で塑性ひずみを測定したDIC法の結果(図1(b))によると、引張軸方向に圧縮の弾性ひずみが集中した粒(すなわち $\langle 110 \rangle$ 粒群)では、Kernel Average Misorientation(KAM)の値が高くなっており、塑性ひずみ(すなわち転位密度が高い)が集中していることが示唆される。この結晶方位による残留弾性ひずみの傾向は、中性子線回折による平均的な結果と一致しており(図2)、硬質粒と軟質粒が多結晶材料内には存在し、それら間でひずみが分配していることを明確に示すことができた。このひずみ分配は、加工硬化の一つの主たる要因と考えられる。更に、本解析手法をDP鋼(冷間圧延 \Rightarrow 二

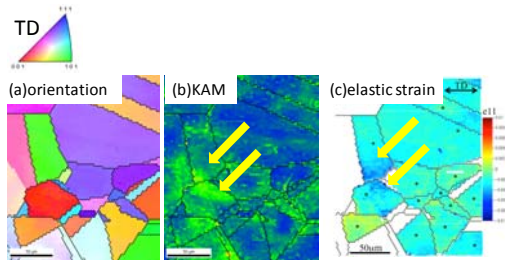


図1 γ 系ステンレス鋼の引張荷重負荷・徐荷後の(b)KAM値および(c)引張変形方向の弾性ひずみ分布

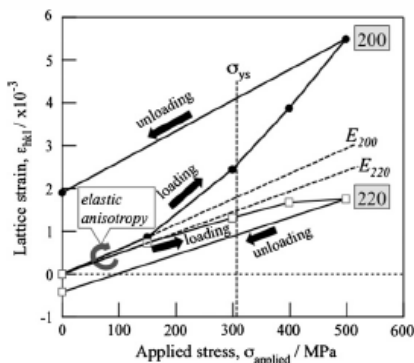


図2 γ 系ステンレス鋼における結晶粒間での弾性ひずみ(応力)分配挙動を示す中性子線回折測定の結果

相域焼鈍)に展開し、塑性変形挙動を解析した。中性子線回折(図3)によると、外力を上げていくと、引張方向のフェライトの格子ひずみが飽和するようになり(注:除荷すると、圧縮弾性残留ひずみとなることに注意)これはその時点で塑性変形が生じたことを意味する。一方、その瞬間、マルテンサイトの格子ひずみが急激に増加し(注:除荷すると引張の弾性残留ひずみとなる)、これはフェライト相が降伏し応力を担わなくなった分さらにマルテンサイト相が応力を負担し弾性変形を続けていることを意味する。すなわち、フェライト相が塑性変形しやすく(軟質粒)、マルテンサイト相が塑性変形しにくい(硬質相)であることを示す。EBSD-Wilkinson法解析の結果(図4)によると、フェライト結晶粒の中には、引張方向に圧縮の弾性残留ひずみを示す結晶粒と、引張のみ弾性残留ひずみを示す結晶粒があり、ステンレス鋼の場合と同様に、前者では降伏が生じており(軟質粒)、後者ではまだ降伏が生じておらず弾性ひずみが続いている(硬質粒)ことを意味する(ひずみ黒い部分はマルテンサイトで解析対象外)。外力がさらに高くなると、全面的に圧縮弾性残留ひずみを示すようになっており、フェライト粒が全体的に降伏していることを示している。この高い応力下ではマルテンサイト相が応力を担っていることが先の述べた中性子線回折の結果(図3)で明らかになっている。なお、オーステナイト系ステンレス鋼の場合と異なり、フェライト相の結晶方位によって弾性残留ひずみが異なる傾向は明確ではなく、むしろ硬質相であるマルテンサイトによって分断や取り囲まれているフェライト相では降伏が生じ難い(引張の弾性残留ひずみ)傾向が認められた。

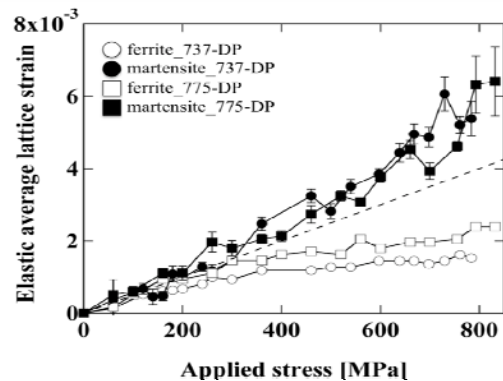


図3 DP鋼における相間での弾性ひずみ(応力)分配挙動を示す中性子線回折測定の結果

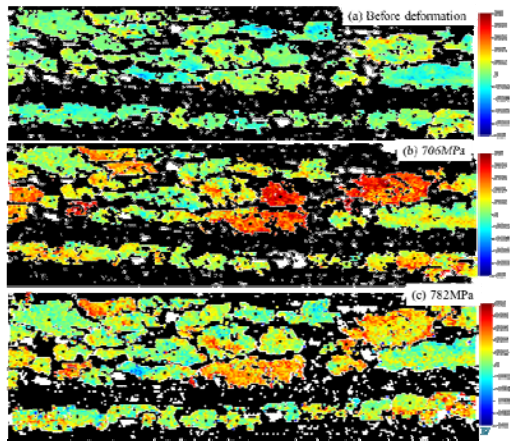


図 4 DP 鋼の引張荷重負荷・徐荷後の引張変形方向の弾性ひずみ分布

ところで、我々は材料組織を 3D 観察できる時代に突入した。その情報はデジタルであり、これはコンピューターを用いたモデリングと相性が良い。例えば、DP 鋼中のフェライト組織の 3D 像を実験的に得て、その形態の座標情報を保存し、それをプリプロセッサで読み込んで表面メッシュを切り、それを有限要素法に入力すれば、さまざまな拘束条件の仮定において弾性および弾塑性変形挙動の解析ができる。3D 情報に結晶方位情報を融合することも可能であり、結晶塑性有限要素法による計算のための元データを取得することは可能であるが、DP 鋼の場合にはフェライトの結晶方位による非等方的変形挙動よりも、やはりマルテンサイト形態がフェライト変形挙動に大きく影響し、まずは 3D 像の有限要素法計算への取り込みが基本と思われる。さらには、マイクロメカニクスに 3D 形態情報を取り入れて、応力-ひずみ曲線に及ぼす組織形態の影響をモデリングすることも可能であろう。その 3D 情報は実験的に求めたものでもよいし、フェーズフィールド法で作成したものでもよい。まさに実験とモデリングの融合が現実的になってきていると言える。各相が担っている応力は組成を

えた各相の応力-ひずみ曲線を実験的に取得して、Swift の式で係数を決めたデータベースから取り込むことも可能だが、上述した中性子線回折屋によって EBSD-Wilkinson 法で得た平均的な弾性ひずみはより直接的に形態と機械的特性を結びつける重要な情報である。このように、材料組織形態を実験的にも、モデリングでも 3D 可視化し、そしてその定量化が可能となった今日であるが、その定量 3D 情報を組織や機械的特性の発現機構解明に大いに活用し、一層の高機能材料開発のスピードアップに貢献していく必要がある。3D 情報と組織・機械的特性発現機構を関連付ける重要な役割がひずみ解析に与えられており、弾性ひずみと塑性ひずみの両方を、Scale-bridging に、動的に時分割測定することが可能になりつつある。一つの方法だけではなく、複数の手法を組み合わせながら測定するハイブリッド測定が有用だと思われる。マイクロメカニクスによる応力-ひずみ曲線予測を行う際にも、実験で求めた「応力分配」の測定値は重要な役割を担う。実験の将来課題としては、弾性ひずみおよび塑性ひずみの 3D 解析が挙げられる。

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 9 件)

- ① 足立吉隆、小島真由美、諸岡聡、友田陽、ひずみ分布の測定手法の進展—鉄鋼ゲノム解明の一環として—、塑性と加工・日本塑性加工学会, Vol. 53, No. 621, pp. 883-890 (2012). 査読あり

[学会発表] (計 3 件)

- ① Naoko Sato, Yoshitaka Adachi, Kenji Kaneko, 3D characterization of void

formation site in ferrite-martensite
dual phase steel, The 5th International
Symposium on. Designing, Processing and
Properties of Advanced Engineering
Materials. ISAEM-2012 , 2012年 11月 6
日 (豊橋市)

[その他]

ホームページ等

<http://www.mech.kagoshima-u.ac.jp/~adachi/index.html>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

足立 吉隆 (ADACHI Yoshitaka)

鹿児島大学・大学院理工学研究科・教授

研究者番号 : 90370311

(2) 研究分担者

中田 伸生 (NAKADA Nobuo)

九州大学・大学院工学研究院・助教

研究者番号 : 50380580

(3) 連携研究者

友田 陽 (TOMOTA Yo)

茨城大学・大学院工学研究科・名誉教授