



躍動

若手研究者・技術者の取り組みと将来の夢

階層的ひずみ測定による FCC 単相多結晶体の変形挙動解析

小島真由美
Mayumi Ojima

東京大学 大学院工学系研究科
マテリアル工学専攻
助教

1 はじめに

長い研究の歴史と膨大な研究成果が世の中に還元されてもなお鉄鋼材料が輝きを失うことなく研究者の興味を惹き続け得る理由に、多彩な微細組織とこれにより生み出されるバラエティ豊かな材料特性が挙げられる。整然とならんだ結晶粒や複数の相が入り組んだ様相を眺めているとその多様性に魅力を感じると共に鉄鋼材料の持つ潜在的な可能性に期待してしまう。私は、平成21年9月に博士号(工学)を取得し現在まで組織と力学的特性の関係について、ミクロ組織の階層性を考慮したひずみ測定(階層的ひずみ測定¹⁾)という視点から研究を行ってきた(ここで言うひずみとは特に弾性ひずみを意味する)。鋼の変形は本質的に不均一であるので、応力-ひずみ曲線等で得られる外部応力に加えて内部応力¹⁾を測定する事は変形や破壊挙動の深い理解の一助になると期待している。ご想像の通り、駆け出しで研究者と言うにも憚られる程であるが、折角の機会なので、小文では、中性子回折法と電子後方散乱法(EBSD)による単相多結晶体の内部応力測定に関する研究例を僭越ながら紹介させて頂こうと思う。

2 SUS310S鋼の階層的ひずみ測定—中性子回折法とEBSD-Wilkinson法の相補的利用—

よく知られているように、単一すべりが発生するような初期引張軸を持つFCC単結晶における応力-ひずみ曲線(硬化曲線)は、容易すべり領域から始まり、二次すべり、変形帯の発生、動的回復に至るステージI～ステージIIIに分類されている。容易すべり領域ではシュミットファクターに依存してすべりが開始する。一方ステージIIでは、シュミット則に反した2次すべりが発生し、顕著な硬化率の上昇が生じる。東田ら²⁾はFCC単結晶体の硬化曲線と変形組織の関係につ

いて詳細にまとめており、ステージIからステージIIへの遷移領域における顕著な硬化率の増加について湾曲すべりの発生(Geometrical Necessary転位の発生とも表現される)に起因した変形帯の形成と、これによる2次系転位の誘発により説明している。一方で、ステージIIで生じる変形帯は一種の小角粒界の形成であり、この事は単結晶とは言え変形が進行した場合には多結晶体として変形挙動を検討する必要があることを暗に示唆している。さらに変形が進みステージIIIを向かえると、前ステージで生じた変形組織を引き継ぎながら動的回復が生じ最終的には破断に至ると予想される。このように最も単純な応力環境下に於かれた単結晶の変形挙動であっても、個々の転位の運動とマクロな応力-ひずみ曲線を結びつけることは決して容易ではないことが分かるが、さらに多結晶体への展開となると粒界の寄与や周囲の拘束条件などの様々な相互作用を考慮せねばならず、微視的な挙動から巨視的な応力-ひずみ曲線を予測する事はほぼ不可能にも思える。

一方で、転位論からのアプローチとは異なる角度から材料の変形挙動を捉える研究が古くから進められている。X線回折法等を用いた残留応力測定に関する研究がこれに当たるが、友田ら³⁾はさらに中性子・放射光回折法を用いて、鋼内部の変形挙動解析を実施している。多結晶体から得られる回折ピークには特定の回折条件を満たす全ての粒の応力やひずみに関する平均情報が含まれている。つまり試料座標系に対して同一の結晶方位を持つ複数の結晶粒(hkl粒群)の平均的な変形挙動を追うことができる。図1⁴⁾は単相多結晶体(SUS310S)に引張変形を加えながら中性子回折測定を実施した例である。横軸は引張り試験機により負荷した応力の値(外部応力)であり、縦軸はhkl格子ひずみを示している。変形前を基準として格子ひずみの変化を眺めてみると、hkl粒群ごとの外部応力-格子ひずみ応答が見えてくる。転位の運動は結合の組替え運動と考える事ができるので変形極初期に生じ

るすべりは格子ひずみの変化に寄与しないと考えられる。すなわち、格子ひずみは弾性ひずみを意味し、内部応力と言い換える事ができる。変形開始付近で見られる直線の変化からの逸脱は塑性変形の開始を意味する。ミクロ降伏が生じた後は、粒群ごとの外部応力-格子ひずみ応答の相違が顕著になり、200粒群のように弾性変形を続け高い応力を担う場合もあれば、220粒群のように早期にすべりが開始し応力を担わなくなる粒群もあり、311粒群のようにその中間の動きを見せる粒もある。粒群ごとのミクロ降伏挙動はシュミット則ならびに弾性定数の方位依存性(弾性異方性)に影響され、hkl粒群単位で生じる応力分配の平均的挙動として巨視的な応力-ひずみ応答が生じる。多結晶体の応力分配挙動をより定量的に理解するためマイクロメカニクスによる理論計算結果との比較が進められている。オーステナイト単相鋼においては Clausen ら⁵⁾ による Elasto-Plastic Self Consistent モデルとの比較結果があり、弾性域からミクロ降伏開始付近において理論値と中性子回折測定により得られた実験結果はよく対応している。しかしながら、変形が進行した場合は両者の対応関係は必ずしも取れておらず、塑性緩和機構をどのようなモデルで扱うかが課題となっている。回折プロファイルには格子ひずみに関する情報の他に半価幅値や積分強度値から転位密度や結晶回転に関する情報も含まれており、格子ひずみに加えてこれらを上手く抽出し定量的に評価する研究も進められている。しかしながら、回折プロファイルには位置情報が含まれておらず、塑性変形の開始後すなわち結晶回転が生じた後は変形前と同一粒の挙動を捉えている保証が無い中で変形挙動を解釈しなければならない。そこで、回折プロファイルから得られた粒群ごとの傾向を考慮しつつも個々の粒の変形

挙動を評価したいとの思いに駆られる。

多結晶体中の個々の粒の変形を評価するには Wilkinson⁶⁾ が考案した電子後方散乱法 (EBSD) による弾性ひずみ測定法 (EBSD-Wilkinson法) が有効な手法の一つと考えられる。この手法ではEBSDパターン像を高解像度で取り込み、画像相関法を用いて極の微小な移動量を検出しひずみを算出する。Si単結晶を用いた例では、ひずみの分解能は 10^{-4} 程度であり内部応力を測定するにも十分なひずみ分解能を有する。空間分解能は電子ビーム径に依存するものの、多くの汎用鋼において粒内のひずみ分布を測定するのに十分な測定点数を確保することが可能であり、さらにEBSDパターンを用いることから同時に相分離も可能な点もこの手法が有効と考える理由の一つである。EBSD-Wilkinson法を用いてSUS310Sの引張変形中その場ひずみ測定を実施した例を図2⁷⁾に示す。引張方向に対する垂直ひずみ成分 (ϵ_{11}) に着目して変形前と変形後の各段階を比較すると、粒ごとに応力の担い方が異なる様子がわかる。中性子回折測定において塑性変形が困難な方位である200粒と塑性変形が容易な方位である220粒に近い方位を有する粒の結果を抽出して見てみると(図3: 粒内のひずみの度数分布)、200粒は大きなひずみを担うのに対し220粒ではひずみは小さく平均的には中性子回折結果とよく対応した外部応力-ひずみ応答が見られた。しかしながら同一方位粒であっても担うひずみ量が異なり、同一粒群の中でも粒単位で不均一に変形が進行していることが確認された。一方で、粒内のひずみ分布に着目してみると、変形の進行に伴いヒストグラムのブロードニングが顕著になり、粒内でもひずみの分布が生じる事が確認された。詳細については検討中であるが、粒界に近い領域で特に高いひずみが測

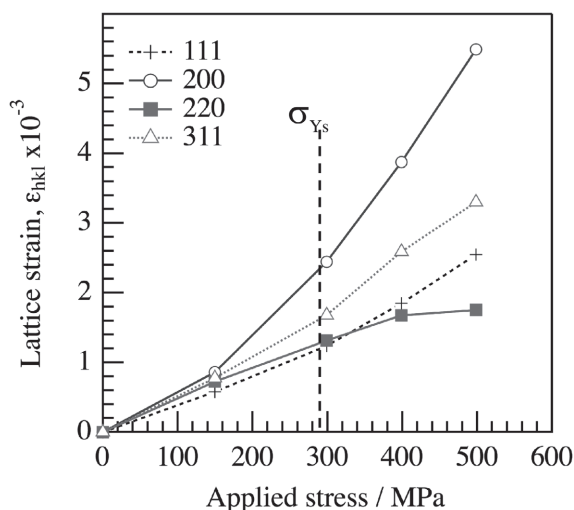


図1 変形中その場中性子回折測定により得られた格子ひずみ-負荷応力応答。 σ_{ys} はマクロな降伏強度を示す

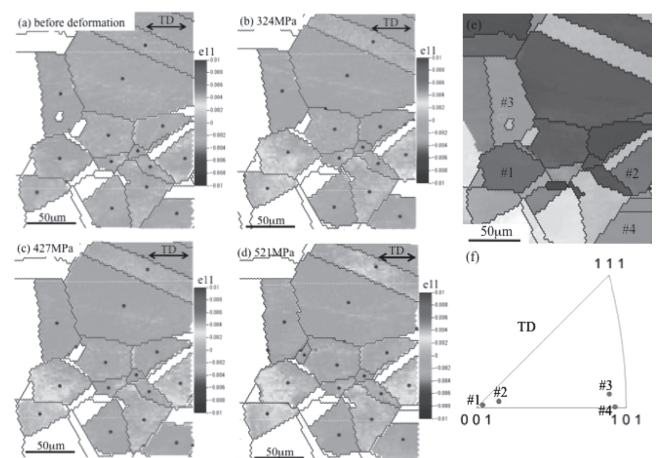


図2⁷⁾ (a) - (d) EBSD-Wilkinson法により得られた各負荷応力時の引張方向に対する垂直ひずみ (ϵ_{11}) マップ。(e) 測定領域の引張方向に対する結晶方位マップ。(f) (e) 中で抽出した結晶粒#1-#4の方位。324MPaは巨視的な降伏点付近に対応し、521MPaでは巨視的なひずみは約7%に至る

定されており、拘束条件によって粒内の不均一具合も異なるように見受けられる。すべりが進行すると粒内では転位の合体と消滅が繰り返されやがては転位セル組織が形成される。Mughrabi⁸⁾は銅単結晶中の転位分布(転位セル構造)に起因して生じる内部応力とマクロな流動応力の変化(加工硬化)の関係について議論しており、多結晶においても粒内のひずみ分布と転位組織の関係を明らかにすることが望まれる。粒内の塑性変形量については測定点間の方位差から結晶回転量を測定する方法(Karnel Average Misorientation法)⁹⁾の適用が考えられ半定量的に塑性変形量に関する評価が可能と考えられている。しかしながら塑性変形量が増すにつれてEBSDパターンが不鮮明になることから画像解析を基本とする本手法においてはいかに信頼性を確保するかが課題となっている。

ここまでFCC単相多結晶における中性子回折とEBSD-Wilkinson法による実験結果を例に、比較的マクロ的な観点から多結晶体の変形をどう整理するかについて自由に述べさせて頂いた。こういった着眼点で実験を進めるにしても、銅

の変形を担うのはすべり(転位)であり、個々の転位の運動を整理し巨視的な挙動と結びつけることが最終目的であることに変わりはないが、ミクロマクロ間に階層性を設けることで、多結晶体における変形挙動の複雑性を理解する一助になればと期待している。

3 終わりに

種々の実用鋼を思い浮かべてみると多くは母相に第二相を含む複相鋼であることに気づく。さらにはDual-phase鋼やTRIP鋼に代表されるように強度-延性バランスの向上を得るための指針としても鋼の複相化は重要なキーワードである。小文では主に単相鋼について紹介させて頂いたが、現在は単相鋼の研究を踏まえてDual-Phase鋼や複層鋼(積層型複相鋼板¹⁰⁾)への展開も視野に入れ研究を進めている。複相鋼の場合は、粒単位の応力分配(粒応力)の上位階層として相ごとの応力分配(相応力)が生じる。また、マルテンサイトを含む場合などの相間の降伏強度差が顕著な場合は第二相の形態によってもマクロ的な力学的特性は影響され、内部応力にもたらす組織の幾何学的な寄与についても興味を持たれる。一方で、高強度・高延性鋼の主役であるマルテンサイト相の引張変形挙動については未だに不明な点が多くこの点についても興味を持たれる。幸運にも恩師や指導者、仲間に恵まれこれまで楽しく研究生生活を送らせて頂いている。「(あなたが)知らない事と世の中が知らない事の区別をつけなさい」と以前にアドバイスを頂いたことがある。恥ずかしながら未だに多くの疑問は「私だけが知らない事」に分類される。研究者である前に人として未熟と感ずることが多々あるが、迷いや失敗を繰り返しながらも成長していけるよう地道に努力して行きたい。

参考文献

- 1) 足立吉隆ら：塑性と加工, 53 (2012), 621, 883-890.
- 2) 東田賢二：(社)日本鉄鋼協会 材料と特性部会 加工硬化特性と組織研究会報告書, (2011)
- 3) Harjo S et al. : Acta Mater., 47 (1999) 1, 353-362.
- 4) Ojima M et al. : MSEA, 527 (2009), 16-24.
- 5) Clausen B et al. : Acta Mater., 46 (1998) 9, 3087-3098.
- 6) Wilkinson AJ et al. : Phil. Mag., 90 (2010), 1159-1177.
- 7) Ojima M et al. : Acta Mater., 59 (2011), 4177-4185.
- 8) Mughrabi H : Phys. Appl., 23 (1988), 367-279.
- 9) Brewer LN et al. : Electron backscattering diffraction in materials science 2nd ed., New York, Springer, (2009)
- 10) 小関敏彦ら：金属, 80 (2010), 4.

(2013年3月1日受付)

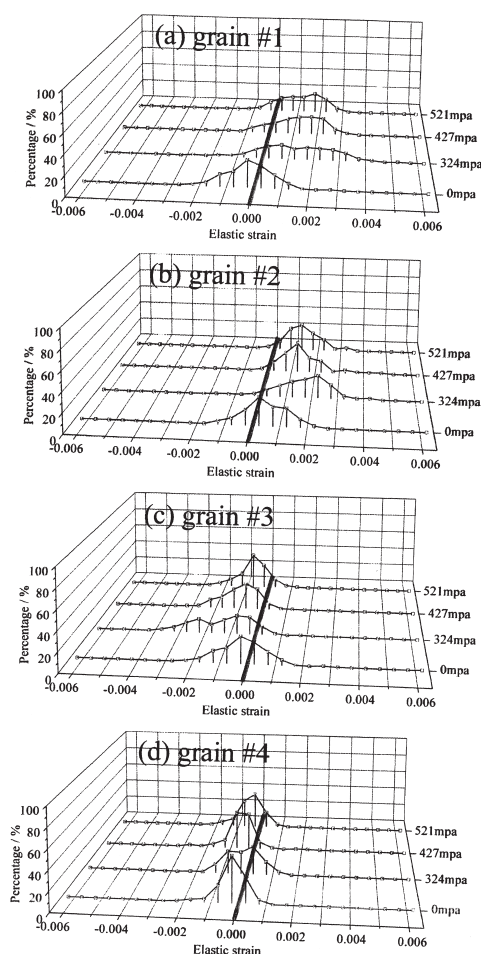


図3⁷⁾ 負荷応力の変化に伴う粒内のひずみ(e11)の度数分布変化。#1-#4は図2中の#1-#4の粒に対応しており、ヒストグラムの中心にある直線はe11がゼロであることを示す

先輩研究者・技術者からのエール

東京大学 大学院工学系研究科 マテリアル工学専攻 教授

小関 敏彦

鉄 鋼の研究に関わる若手の減少が懸念されて久しいが、本欄で毎回、若手の方々の活発な活動状況を拝見して、頼もしい思いをしている。是非、自由な発想と旺盛な行動力で新たな鉄鋼研究へのチャレンジを継続いただき、同時に、次に続く更に若い世代も惹き付けていただきたいと思います。今回登場の小島真由美さんもそうならもらいたいと大いに期待している1人である。

小島さんは、茨城大学で前鉄鋼協会会長でもある友田陽教授のご指導のもとで博士を取得した。その後、学生時代の研究の縁もあり物質材料研究機構の足立吉隆博士（現 鹿児島大教授）のもとでポスドク研究員となり、さらに2010年に東大の私の研究室にポスドク研究員として着任し、その1年後の2011年からは助教に昇任して現在に至っている。現在の助教のポストは、東大内の定員再配分による女性教員のためのポストを、工学系研究科内の様々な分野の女性候補者の中から勝ち取ったもので、鉄鋼や材料工学の枠を超えて工学全体の中でも、研究者としての彼女への期待が大きいことを示している。

私は、これからの鉄鋼研究では、これまで長く培われてきたメタラジの研究に加えて、新たな手法の適用や発想の転換が不可欠と考えている。鉄鋼研究の産学連携がますます重

要となる中で、大学の果たすべき役割やその中で学生や若い研究者が魅力を感じて研究に取り組むことを考えると、それらは特に大学において先駆的に進めるべきと考える。小島さんはこれまで、電子後方散乱法や中性子回折法などの新たな手法を駆使して、鉄鋼材料中の不均一変形や異相界面の研究に取り組んできた。この4月からは、米国オークリッジ国立研究所において客員研究員として約半年、東大との共同研究も含めそれらの研究を発展させる予定である。そういった新たなアプローチの中から、今まで知りたかったことや見たかったものを掘り出し、さらにそれをもとに、材料開発の新たな発想につながるシーズや成果を生み出すことを期待している。

また、小島さんには女性研究者としても大いに期待している。今や鉄鋼界だけでなく工学のすべての分野において女性の参画が必要となってきた。女性の進出は間違いなく全体のポテンシャル向上につながる。彼女の研究への取り組みや成果の発信は、後に続く女性研究者のロールモデルとなり、研究者を目指す理系女子を勇気づけるものと思う。小島さんの明るい人柄や研究への熱意もまさにロールモデルになるに相応しいもので、彼女自身のますます発展とともに、大いに期待するところである。

(株) TSLソリューションズ 代表取締役

鈴木 清一

小 島真由美先生とは、弊社のEBSD/OIMを通じて学生の頃からお付き合いがあったということもあり、このコラムを書かせていただくことになりました。いつも彼女のチャレンジングで積極的姿勢には感心させられています。SEMにIn-Situ引張試験装置を取り付け、さらにEBSD-Wilkinson法を適用し、個々の結晶粒の結晶方位と弾性歪の変化の関係を調べたのは、彼女と彼女の指導教官だった足立教授（現 鹿児島大）らとの共著論文で発表されたのが最初かと思っています。Wilkinson法はEBSDパターンの質や参照点の取り方で結果が異なることもあり必ずしも容易ではありません。しかしバルク試料で個々の結晶粒内というミクロな領域で弾性歪テンソルの測定を可能にしたのもEBSD-Wilkinson法が初めてです。この新しい技法を巧みな実験技術で見事な結果に結び付けています。小島先生も指摘されているように、ミクロな歪状況を巨視的な応力-歪曲線に結び付けることは容易ではありません。図2においては、 $\langle 101 \rangle$ // TDの結晶粒では引張荷重が増大しているのに圧縮力が増えているような結果となっています。これなどは測定してみても初めて判ったことかと思われます。実験結果として得られた多結晶体内部の複雑な内部応力をどのように考えるか、まさに「階

層的」に整理し考察することが重要かと考えられます。

EBSD法は材料組織観察に大きな変革をもたらしましたが、EBSD法自体は歴史も浅く、まだまだ発展途上の技法です。そのデータ解析では計算手法が先行している部分も多く、これまで積み上げられてきた知識と新たに得られた情報を如何に結び付け解釈するかということでは、新たな発想が必要かもしれません。世の中の状況を変えるのは「よそ者、変人そして若者」であるなどと言われています。EBSD法開発の歴史では、EBSDパターンから如何にバンドを検出するかということが大問題でした。この分野における高名な研究者らが5年間も試行錯誤してできなかったことを、K.Lassen博士がHough変換法を用いてあっという間に解決し、その後EBSD法発展の基礎を築いたという経緯があります。このK.Lassen博士は当時のEBSD研究者の間では明らかに「よそ者」でした。

小島先生は、まさにチャレンジングで豊かな発想力を持つ「若者」です。材料学の分野において、多くの先人が積み上げられた膨大な知見を基本にしながらも、これまでの常識に囚われることなく新たな新風を吹き込んでくれる研究者になってくれるのではと期待が膨らみます。ますますの活躍を祈念いたします。