



私の論文

今振り返ってみて、行間にこめた思い、エピソード

ひずみ・損傷・微視組織のマルチスケール解析 ～そして水素分布へ～

Multi-scale Analyses of Strain/Damage/Microstructure, and Hydrogen Distribution

小山元道 九州大学大学院 工学研究院
機械工学部門 助教
Motomichi Koyama

1 はじめに

この度、鉄と鋼に掲載されました我々の論文が俵論文賞に選出され、対象論文についての行間や想いを紹介する機会をいただきました。「私の論文」に寄稿させていただくのは二回目ですので、前置きを短く早速本題に入ります。

マルチスケール/マルチプローブ解析にあたって、各スケールおよび解析法のブリッジングには多様な努力が払われている。著者も、多様な解析を組み合わせるときにどのような考察をするべきかを考えている。受賞対象となった論文における解析対象は、ひずみ・損傷（き裂/ボイド）・微視組織である（損傷解析については、最近のふえらむ記事「躍動」でも概説しているので、合わせて参照されたい¹⁾）。著者は、これらに水素分布を加えた4つの対象を多様なスケールで解析することで、種々な延性劣化現象の理解を試みている。本稿では、受賞対象論文の内容を主とし、著者が取り組んでいる上記マルチ解析の概要を示す。

2 損傷解析: Strain-specific damage quantification

微視的損傷発達の定量解析はひずみへの紐づけが不可欠である。その場観察をしない場合、損傷発達挙動のひずみ依存性は多くの場合、以下二つの手法のいずれかで解析される。

①種々な均一引張ひずみを与えた試料を複数用意し、損傷の定量解析をする。

②試験片を変形または破断させ、つかみ部から最大変形部（破断材ならば破断部）までの変形勾配を利用して各変形領域に対する損傷解析をする。この時の局所ひずみは微小マーク間距離測定^{2,3)}、厚さ減少率/絞りからの相当歪算出⁴⁾、デジタル画像相関法 (DIC) によるひずみ測定^{5,6)}、などにより決定される。

①の場合、そのひずみ値は正しい。しかし損傷発達が問題となる場合は、多くの場合試験片がくびれた後の局所大変形部であり、均一伸び以下のひずみ量では対象とする損傷発達を捉えられない。②の場合の問題点はひずみ勾配および応力三軸度の存在である。それぞれの手法に問題点は存在するが、対象とする損傷発達がくびれ部で起こる場合は、②の手法がとられる。Fig.1にFe-28Mn (wt.%) 合金の解析例を示す。各領域における損傷の数、サイズ、形状などを測定し、ひずみに対してプロットすると、Fig.1 (c) や (d) のようなグラフが得られる。これらの図より、各変形量に対応する損傷の発生頻度および損傷伝ば・鈍化の平均挙動がひずみに対して段階的に捉えられる。例えば、Fig.1 (c, d) 中、初期の損傷は介在物に由来し、アスペクト比は小さい。他方、赤枠で囲んだ変形段階では、ひずみ増大に対して損傷サイズは大きく変わらないものの、アスペクト比が大きくなっている。加えて、この領域では損傷数の急増も確認された。つまり、30-55%ひずみを与えると、介在物由来ではない、より鋭い形状を有する損傷の発生/成長機構が働くと考える。この鋭い損傷の発生/成長機構に、本合金の延性を理解する鍵がある。換言すると、Fe-28Mn 合金における延性破壊機構を理解するために

* [今回の対象論文]

金子貴裕, 小山元道, 藤澤友也, 津崎兼彰: 「ひずみ・微細組織・き裂/ボイドのマルチスケール観察による鉄鋼の損傷発達機構解析: ε マルテンサイトが関与する損傷発達の場合」, 鉄と鋼, Vol.102 (2016), No.5, pp.227-236 (第80回俵論文賞受賞)

は、この鋭い損傷の近傍に着目した組織解析が要求される。

3 組織解析: Damage-specific microstructure characterization

特定微視領域の組織観察については、収束イオンビーム (FIB) を用いた試料切り出しおよび透過型電子顕微鏡観察 (TEM) が有効である⁷⁾。この代替手法として、我々は Electron channeling contrast imaging (ECCI) による解析に取り組んでいる^{8,9)}。損傷解析における FIB-TEM 法の利点は高い空間分解能にある。一方、サブ μm スケール程度の観察では、観察範囲およびその簡便さから、ECCI法が有効である。Fig.2はECC像の一例であり、前節にてその重要性が示されたひずみ領域での、鋭い損傷近傍の組織を示している。この損傷周りには、粒界に衝突した ϵ マルテンサイト板

(Fig.2 (a)) およびナノボイドの形成 (Fig.2 (b)) が確認される。つまり、損傷は粒界に ϵ マルテンサイトが衝突することで形成する。さらに、損傷先端の開口にともなう ϵ マルテンサイト形成がナノボイドを誘起し、連結することで裂先端を鋭く保ったまま成長させる。このような損傷発達には ϵ マルテンサイトを伴わない粒 (Fig.2 (c)) は影響しない。損傷先端が Fig.2 (c) のような ϵ マルテンサイトに対して安定な粒に進展したとき、損傷発達はアレストされる。この組織と損傷の関係を踏まえた上で、 ϵ マルテンサイトに起因する損傷発達のより原理的な機構に迫る。具体的には、応力集中が原因であるのか、または集中した応力を緩和するための塑性ひずみ集中が原因であるのかを議論する。つまり、特定の損傷発達に関連する微視組織スケールの局所ひずみ解析が必要である。

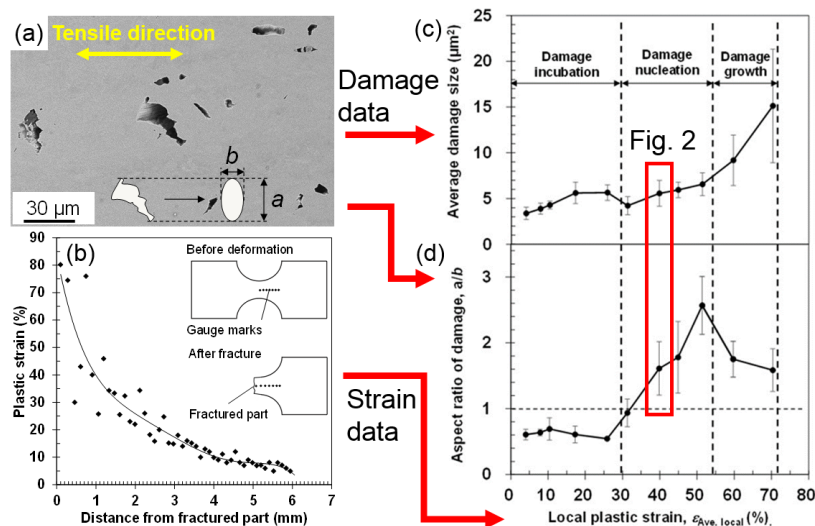


Fig.1 Strain-specific damage quantification at a micro/millimeter-scale. (a) A secondary electron image showing damage in a fractured specimen. (b) Strain distribution in the fractured specimen. (c) Average damage size and (d) aspect ratio of damage plotted against local strain.

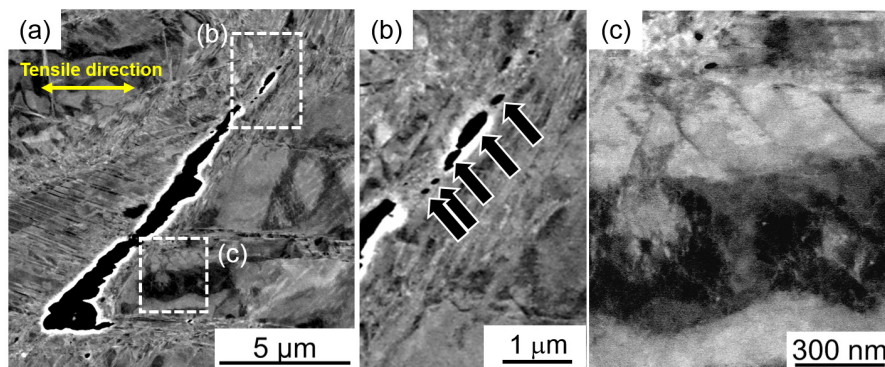


Fig.2 Damage-specific microstructure characterization at a local strain of 40% in the Fe-28Mn alloy by electron channeling contrast imaging at (a) micro and (b, c) nano-scales.

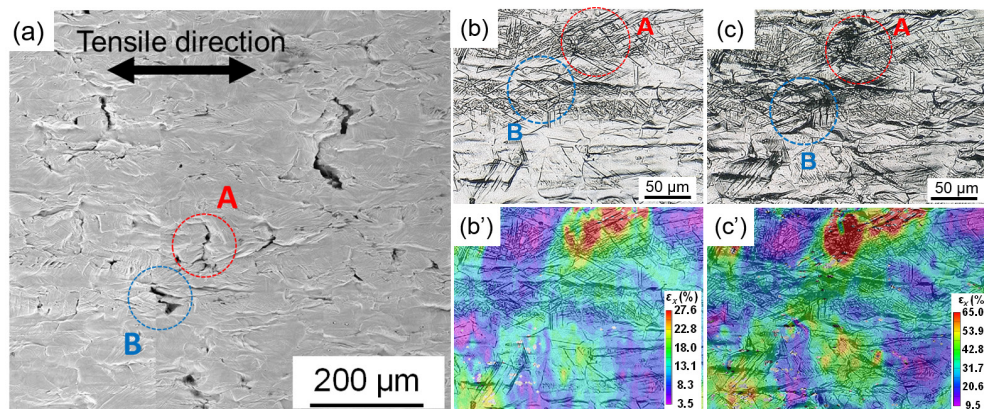


Fig.3 Damage-specific strain mapping at a micro scale in the Fe-28Mn alloy. (a) Secondary electron image near the fractured part. (b, c) Optical micrographs of the replicas taken at displacements of 1.0 and 2.0 mm. (b', c') Strain contour maps corresponding to (b) and (c) obtained by digital image correlation.

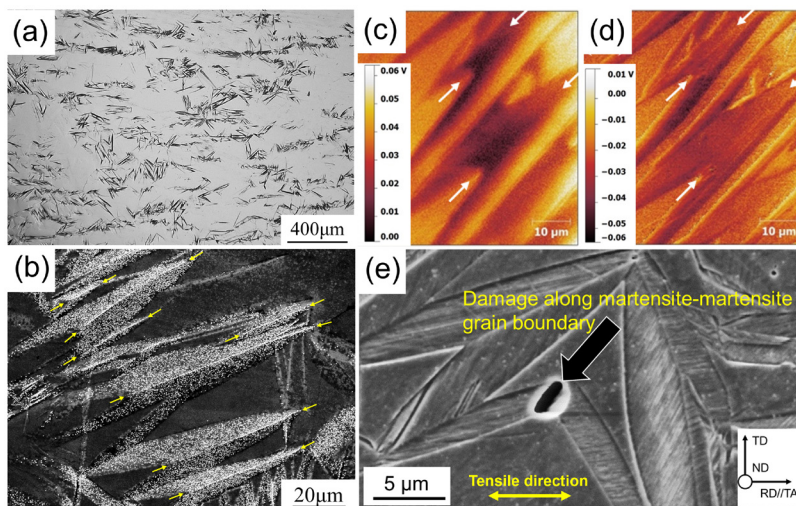


Fig.4 Microstructure-specific hydrogen mapping with different spatial scales and their correlation with damage formation in an Fe-32Ni-0.2C alloy. Silver-decoration technique coupled with (a) optical and (b) SE imaging. Temporal change of hydrogen distribution taken by SKPFM at (c) 5 h and (d) 50 h after hydrogen charging. The arrows in (b-d) indicate hydrogen-localized microstructural interface. (e) Damage formation at the hydrogen-localized boundary¹⁷⁾.

4 ひずみ解析：Damage-specific strain mapping

損傷発達機構を理解するために局所ひずみを解析する場合、困難な点は「対象としたい損傷がどこに現れるか不明であるとともに、対応する領域の初期組織/形状を取得する必要がある」ことである。この問題を解決するためには、Full-field strain mappingが有効である^{10,11)}。我々はFull-field strain mappingとして、レプリカを用いたDIC解析法を開発した¹²⁾。試験前および試験中の幾つかの段階で試料表面をレプリカシートに転写し、試験片全面の表面起伏情報を保存する。保存した表面起伏情報を基に、破断部または破断材の特

定損傷が形成する前の局所ひずみをDIC法により測定することが可能である。Fig.3にレプリカを用いたDIC解析結果の例を示す。この解析では、破断材においてA、Bとして示されている損傷を対象に、レプリカ画像を遡って損傷形成前段階のひずみマッピングをしている。解析内容の詳細は割愛するが、このレプリカ画像から得られたひずみ分布と組織分布を合わせて考えると、熱誘起 ϵ マルテンサイトが存在し、かつ、ひずみが集中している領域に損傷が形成することがわかる。これは、前節にて示した ϵ マルテンサイト由来の損傷が塑性ひずみ集中に起因することを示唆している。

5 そして水素分布解析：Microstructure-specific hydrogen visualization

最後に、著者にとっての重要課題である水素助長損傷発達についても紹介する。水素脆化問題では上述の技術に加えて、水素分布解析が要求される。特に、微視組織に対応する水素分配、拡散挙動が重要視されている¹³⁾。ここでは、水素分布可視化の方法として、銀デコレーション法と Scanning Kelvin Probe Force Microscopy (SKPFM) 法を紹介する。各手法原理の説明は既報総説に譲る¹³⁾。銀デコレーション法の利点は、その簡便さとともに、マルチスケール解析が容易である点にある。Fig.4 にオーステナイト/ α' マルテンサイト二相組織の例を示す。水素偏析部に対応する銀被覆領域は、光学顕微鏡では黒く現れ (Fig.4 (a))、二次電子 (SE) 像では白く現れる (Fig.4 (b))。ここでは、 α' マルテンサイトに水素が多く存在している様子が捉えられている。また、最適条件では、矢印で示すように組織界面上の極めて局所の水素偏析も捉えることができる。一方、SKPFM 法は原子間力顕微鏡ベースであることから、高い空間分解能を有するとともに水素濃度変化への感受性も高い (例 Fig.4 (c))。さらに注目されたい点は、経時変化である。銀デコレーション法¹⁴⁾ および SKPFM 法^{15,16)} とともに経時変化をその場観察することで、時間分解能を有する水素分布解析が可能である。例えば、多くの水素が脱離したあとである水素チャージ後 50 時間経過時の SKPFM 像 (Fig.4 (d)) では、5 時間時と比較して水素濃度分布が相対的に均質になっている。水素は室温でも有意に拡散するため、この時間分解能は重要である。今回の解析事例では、拡散性水素の偏析領域が損傷形成箇所と対応することも確認された (Fig.4 (e))。

今後は、これら時間分解能、空間分解能を有する水素分布解析を、組織/ひずみ/損傷の解析結果と組合せ、より原理的な延性劣化機構解明に取り組みたいと考えている。学会などで引き続き議論いただければ幸甚である。

参考文献

- 1) 小山元道：ふえらむ, 23 (2018), 365.
- 2) 金子貴裕, 小山元道, 藤澤友也, 津崎兼彰：鉄と鋼, 102 (2016), 227.
- 3) T.Kaneko, M.Koyama, T.Fujisawa and K.Tsuzaki : ISIJ Int., 56 (2016), 2037.
- 4) T.Matsuno, D.Maeda, H.Shutoh, A.Uenishi and M.Suehiro : ISIJ Int., 54 (2014), 938.
- 5) C.C.Tasan, J.P.M.Hoefnagels and M.G.D.Geers : Acta Mater., 60 (2012), 3581.
- 6) N.Uehata, M.Koyama, S.Takagi and K.Tsuzaki : ISIJ Int., 58 (2018), 179.
- 7) A.Nagao, C.D.Smith, M.Dadfarnia, P.Sofronis and I.M.Robertson : Acta Mater., 60 (2012), 5182.
- 8) M.Koyama, E.Akiyama, K.Tsuzaki and D.Raabe : Acta Mater., 61 (2013), 4607.
- 9) K.Habib, M.Koyama, T.Tsuchiyama and H.Noguchi : Mater. Res., Letters, 6 (2018), 61.
- 10) H.Toda, A.Takijiri, M.Azuma, S.Yabu, K.Hayashi, D.Seo, M.Kobayashi, K.Hirayama, A.Takeuchi and K.Uesugi : Acta Mater., 126 (2017), 401.
- 11) Q.Wang, S.Ri, H.Tsuda, M.Koyama and K.Tsuzaki : Opt. Express, 25 (2017), 13465.
- 12) S.Hamada, T.Fujisawa, M.Koyama, N.Koga, N.Nakada, T.Tsuchiyama, M.Ueda and H.Noguchi : Mater. Characterization, 98 (2014), 140.
- 13) M.Koyama, M.Rohwerder, C.C.Tasan, A.Bashir, E.Akiyama, K.Takai, D.Raabe and K.Tsuzaki : Mater. Sci. Technol., (2017), 1.
- 14) M.Koyama, D.Yamasaki, T.Nagashima, C.C.Tasan and K.Tsuzaki : Scr. Mater., 129 (2017), 48.
- 15) S.Evers, C.Senöz and M.Rohwerder : Sci. Technol., Advanced Mater., 14 (2013), 014201.
- 16) M.Koyama, A.Bashir, M.Rohwerder, S.V.Merzlikin, E.Akiyama, K.Tsuzaki and D.Raabe : J. Electrochem. Soc., 162 (2015), C638.
- 17) T.Nagashima, M.Koyama, A.Bashir, M.Rohwerder, C.C.Tasan, E.Akiyama, D.Raabe and K.Tsuzaki : Mater. Corros., 68 (2017), 306.

(2018年5月24日受付)