

デジタル画像相関法を用いたナノスケールひずみ解析による 複相鋼中の不均一微視変形とその支配因子の評価

岐阜大学 教育学部技術教育講座
准教授 中田 隼矢
(2021 年度 一般研究開発助成 AF-2021012-B2)

キーワード：デジタル画像相関法，その場観察，In-situ，焼戻しマルテンサイト，ベイニティックフェライト

1. 研究の目的と背景

鉄鋼材料は日用品や機械及び構造物などの素材として用いられており、人類の生活を支える基盤材料となっている。鉄鋼が多用される要因は、原料となる鉄鉱石が地表付近に豊富に埋蔵されており、鉄鋼石からの製錬・精錬が比較的容易であることがあげられる。さらに、鉄鋼材料は多様な機械特性を実現でき、軟質で加工性に優れる特性、極めて硬質な高強度な特性、さらには強度と加工性を高水準で両立できる強靱な特性まで、広範に特性の制御が可能である。このような強度特性の多様性は、強度特性を決定づける微細組織が多様多様であり、比較的容易にこれらの組織制御が可能であることに起因する。一方で、ベイナイトやマルテンサイトなどの複雑な組織や複数の組織が混在する複相組織においては、強度特性に寄与する組織因子が多岐にわたるため、最適な組織設計の実現は容易ではない。これらの課題の解決に向けて、近年では強度試験で生じる微細組織の変形を顕微鏡や加速器等でその場観察する手法が活用されている。従来の顕微鏡を用いたその場観察では、主にき裂の発生や進展の観察が中心であったが、近年は画像解析技術の発展に伴い微細組織中の不均一な変形挙動の定量評価が可能となっている^{1,2)}。これらの技術の中でも、比較的簡便に実施できるのがデジタル画像相関法(Digital Image Correlation: DIC)である。DICは観察対象表面の一定領域に存在するランダムな模様群を追跡マーカーとして利用し、変形挙動を解析する。機械や構造物、あるいは小型サンプルなどのマクロからサブミクロンオーダー程度の変形までは、シールやスプレー塗布等によって表面にランダム模様を付与することで解析できる³⁾。スケールがさらに小さくなるとこれらの手法でのマーキングは難しくなるが、金属材料の微細組織観察においてはエッチングにより現出させた金属組織をそのままマーカーとして活用することも可能である⁴⁾。しかしながら、複相組織のように組織の粗密が領域ごとに大きく異なる場合や、解析時の参照領域サイズに対して組織スケールが粗大である場合には、解析で必要となるマーカーが不足するため十分な解析精度を確保できない可能性がある。このような課題を克服し、解析精度を確保した上で空間分解能を向上させる手法として、金属ナノ粒子を用いたマーキングが簡便である⁵⁾。本研究では、高張力鋼板(ハイテン)から採取した微小引張試験片表面にアルミニウムのナノ粒子

を塗布し、電解放出型走査型電子顕微鏡(FE-SEM)内で引張試験に供することで、引張変形に伴って生じる微細組織中に不均一に生じるひずみを画像相関法により解析した。

2. 実験方法

供試材には、流通している 590 MPa、980 MPa 及び 1180 MPa 級のハイテンに対して熱処理を施したものをを用いた。熱処理は 50 mm 角程度に切断した厚さ約 1.2 mm の供試材を 860℃に加熱したマuffle炉内で 15 分間加熱した後、塩浴内に即座に投入し、その後水冷を施した。塩浴による熱処理条件は、300℃もしくは 380℃に加熱した溶融塩内に 10 分間浸漬させた。熱処理後の供試材から図 1 の平板形状の微小引張試験片を採取し、汎用の強度試験機でひずみ速度 10^{-4} /s 相当でクロスヘッドを制御し引張特性を評価した。さらに、同形状の試験片を用いて FE-SEM 内で引張試験に供し、変形に伴う微細組織の変化をその場観察した。その場観察用の試験片は #400 のエメリー紙で湿式研磨後、粒径 9 μm 及び 3 μm のダイヤモンドスラリーと粒径 0.05 μm のアルミナスラリーを用いた湿式研磨によって鏡面仕上げとした。その後、コロイダルシリカを用いて約 1 時間の研磨を施し、加工層の除去を行った。研磨後、ナイタールを用いて短時間の化学腐食によって微細組織を現出させた後、試験片表面に粒径 18 nm のアルミニウム粒子(以後、Al 粒子と記載)を塗布した。アルミニウム粒子の塗布は、エタノール溶液内に粒子を分散させ、本溶液内に試験片を浸漬させた。浸漬後の試験片をホットプレートで加熱することでエタノールを気化し、試験片表面に粒子を残存させた試験片を SEM 内引張試験に供した。ひずみ速度は 10^{-4} /s 相当とし、適宜試験を中断し 2 次電子像の観察と EBSD による結晶方位の評価を

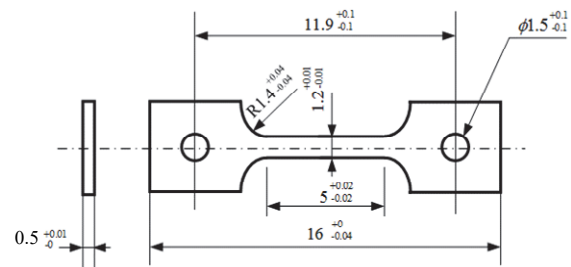


図1 微小引張試験片

実施した。2次電子像及びEBSDによる分析は、凝集したAl粒子がサンプルへの電子線照射の妨げになる場合があるため、加速電圧を25 kVで実施した。

DICには、Correlated Solution社製のVic-2D 6を用い、500倍もしくは1000倍で撮影した2次電子像を用いてサブセット53、ステップ2にてひずみ解析を実施した。なお、本報告書では、980及び1180 MPa級ハイテンに塩浴にて380°C×10分の熱処理を施した供試材の分析結果を示す。

3. 実験成果

3・1 引張特性及び微細組織観察結果

熱処理後の供試材の引張試験結果を図2に示す。ここでは、紙面の都合上、分析結果の詳細を割愛している材料の引張試験結果も含めている。塩浴を用いて380°Cの熱処理を施した材料は、強度の低下が生じた。FE-SEMによって観察した両材料の2次電子像を図3に示す。980 MPa級ハイテンに熱処理を施した材料の組織は分解が進んだベイニティックフェライト、1180 MPa級ハイテンに熱処理を施した材料の組織は焼戻しマルテンサイトであった。以後、前者をBF材、後者をTM材と記載する。EBSDで分析した結果、両材料とも残留オーステナイトはほぼ確認できなかった。2次電子像では、両材料に塊状あるいは針状の塊が確認できるが、これらは残留オーステナイトやマルテンサイトではなく、化学腐食時に溶け残った部分である。

3・2 DICによるひずみ評価結果

BF材を用いたSEM内引張試験によって評価した公称応力-公称ひずみ線図を図4に示す。図中の数字は引張試験を中断し、2次電子像の観察とEBSDによる分析を実施した条件となる。中断条件1は塑性変形に移行した直後となり、その後何度か引張と中断を繰り返す、引張荷重の低下が生じるまで試験を続行した。なお、中断中は中断変位

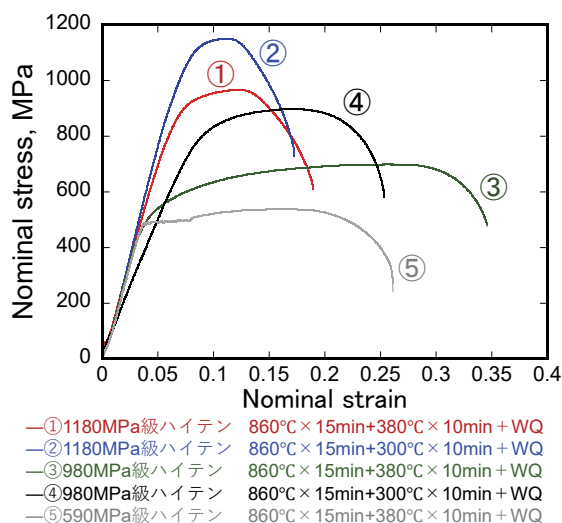


図2 供試材の引張特性

で試験片を保持しており、除荷は行っていない。本試験片では、平行部に応力集中を誘起する切り欠き等はないため、局部収縮発生位置の制御は行っていない。

図5にBF材の引張負荷付与前にEBSDで分析したIQ(Image Quality)マップとIPF(Inverse Pole Figure)マップを重ねた図(以後、IPFマップと記載)を示す。マップ上に散見される黒色の塊はAl粒子が凝集粗大化したものとなる。図中の白枠の領域について、IPFマップに加えEBSDによって評価したKAM(Kernel Average Misorientation)値、DICによって評価した紙面横方向のx軸方向のひずみ ϵ_x 、紙面縦方向のy軸方向のひずみ ϵ_y 、xy方向のひずみ ϵ_{xy} 、Misesの相当ひずみ(以降、相当ひずみと記載)を分析した。なお、引張方向はx軸方向である。塑性変形が進行した中断条件6でのIPFマップ及びKAM値と各ひずみの分析結果を図6に示す。領域5, 6, 8中の白色の矢印は、ベイナイトのラス組織が残存している部分を指している。同組織はBF材の組織内では相対的に強度が高いため、これに起因して相当ひずみが低かったと思われる。また、ひずみは結晶粒単位で分布している場合が多く、KAM値は全体的に上昇しているものの粒界近傍が比較的高いように見受けられた。IPFマップでは、粒界部が太い黒色となっている。これは、重ねているIQマップに起因するものではなく、Al粒子が粒界に集積した

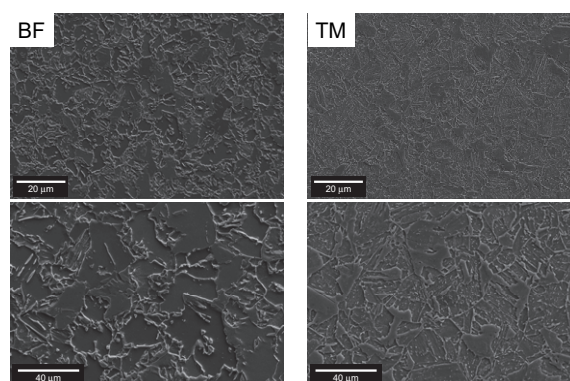


図3 BF及びTMの微細組織

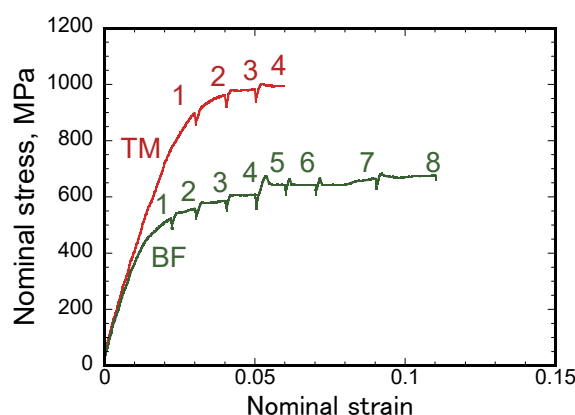


図4 SEM内その場観察で実施した引張中断試験

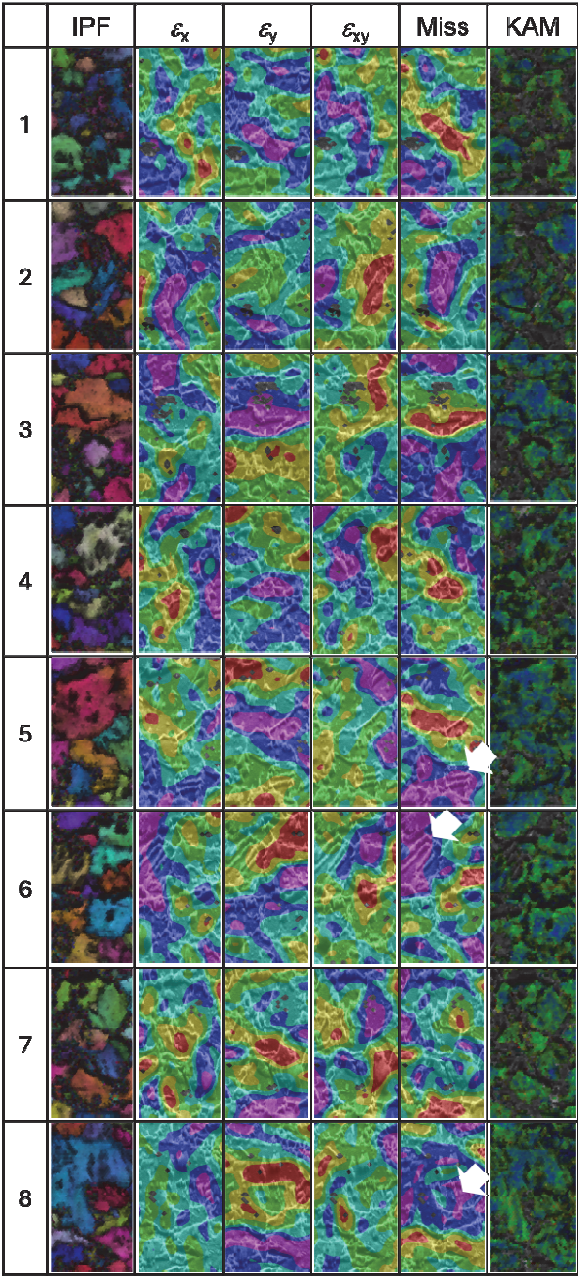


図6 中断条件6におけるBF材のIPFマップ, KAM値, 及びひずみ分布

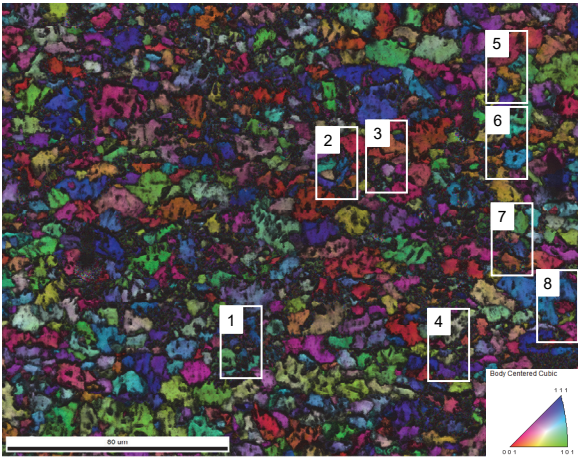


図5 引張変形前のBF材のIPFマップ

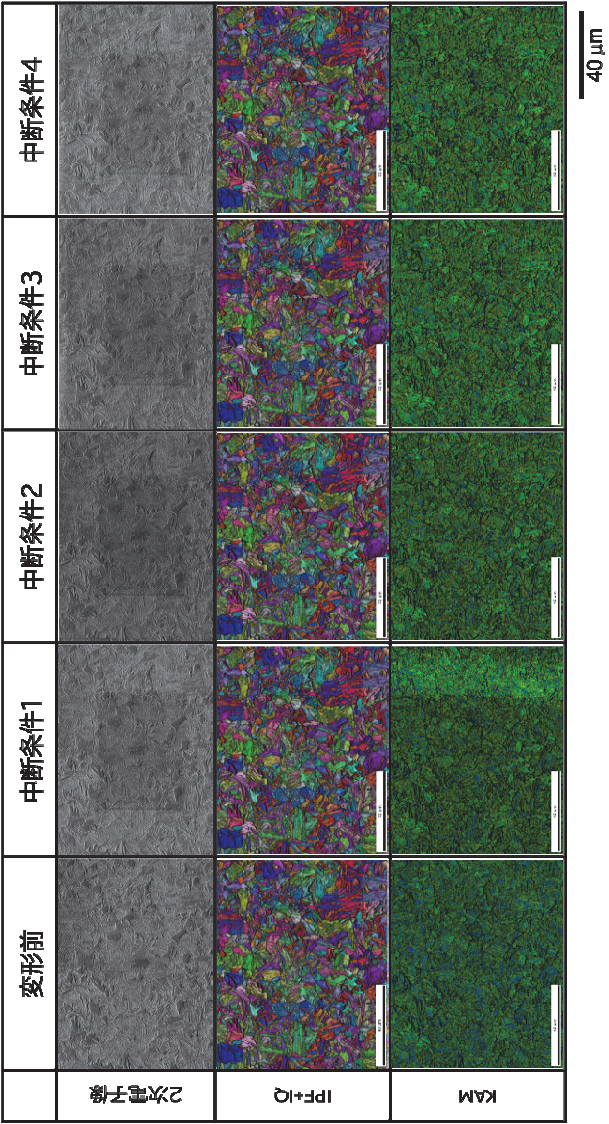


図7 引張変形に伴うTM材の2次電子像, IPFマップ及びKAM値の変化

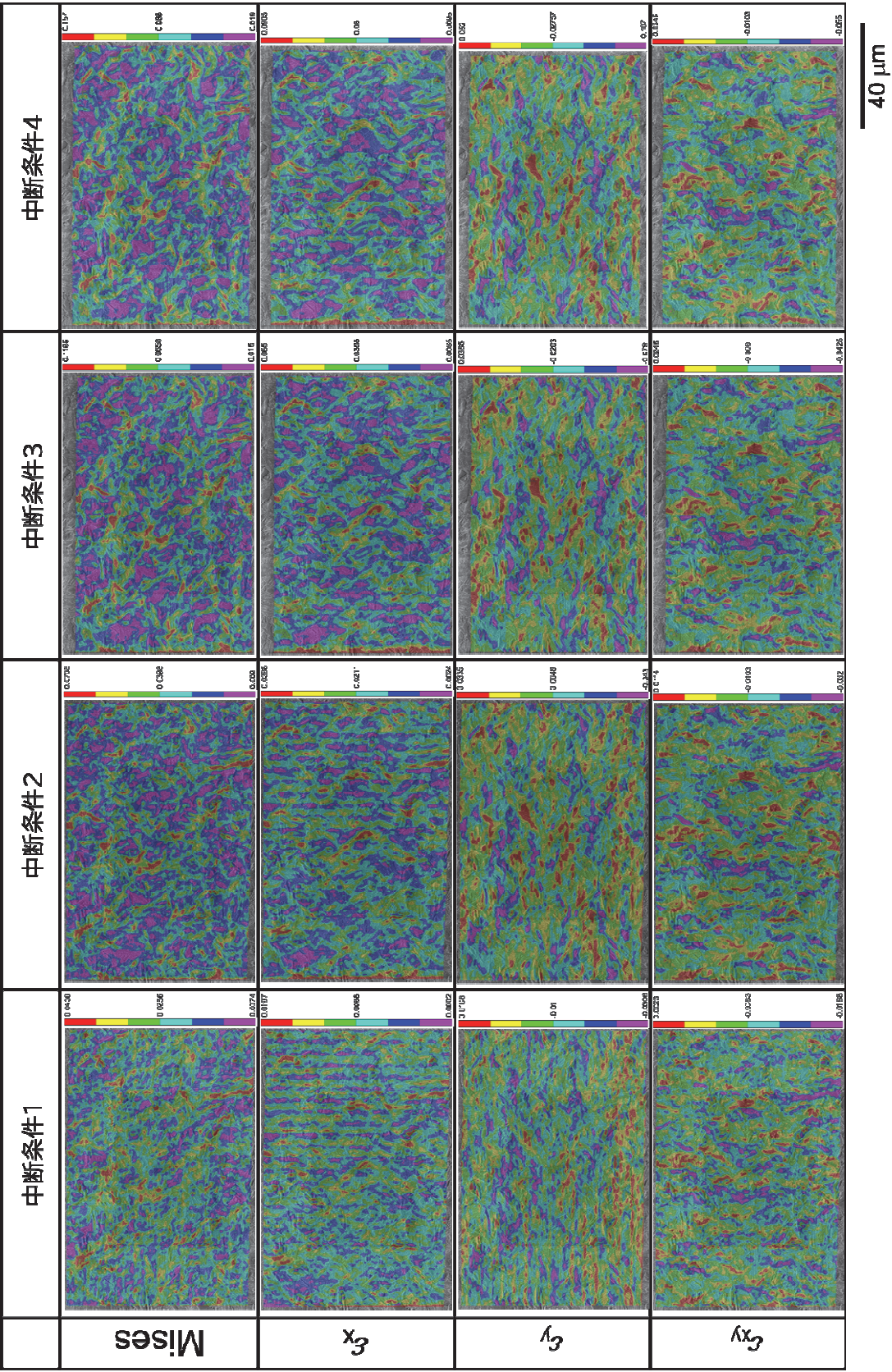


図 8 DIC によって評価した引張変形に伴う TM 材のひずみ分布

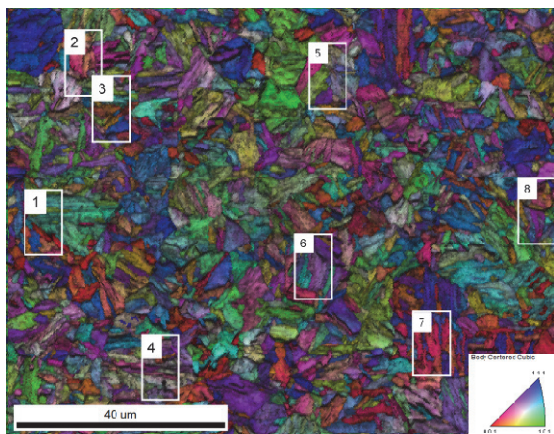


図9 引張変形前の TM 材の IPF マップ

影響である。本来、Al 粒子を組織全体に分散させることで、組織に依存せず DIC の空間分解能向上を目指していたものの⁵⁾、BF 材では組織が微細化したことも要因となつてか、Al 粒子の多くは粒内に分散せず、凸部となっている粒界に集積してしまった。結晶粒単位でひずみ分布が得られていることから、粒内のひずみをある程度は分析できていると思われるが、粒内にはマーカーとなる粒子が不足しているため、マーカーとしての効果が得られる粒界やラス組織と同程度の空間分解能を確保できていたかは検討を要し、今後の課題である。

次に、TM 材の分析結果を示す。TM 材にも Al 粒子を塗布しているが、BF 材よりも分散密度を抑えており、Al 粒子の凝集粗大化や粒界への顕著な集積を抑制できた。図 7 に TM 材の引張負荷付与前及び各中断条件下の 2 次電子像、EBSD によって評価した IPF マップと KAM 値を示す。2 次電子像では、引張変形の進行に伴い組織が横方向に伸長しているが、変形に伴って明瞭なボイド発生などは観察していない。中断条件 1 以降で生じている 2 次電子像中央の長形状の黒色は、電子線照射に伴って生じたコンタミネーションである。IPF マップより、変形に伴い方位の僅かな変化や一部の微小な小角粒内で回転が生じた可能性が確認された。KAM 値については、変形の進行に伴いおおむね上昇した。図 8 に 2 次電子像を用いて DIC によって評価した各ひずみを中断条件毎に示す。中断条件 1 の段階でひずみ分布は不均一であることから、一様変形領域であり、且つ塑性変形がほとんど生じていない変形初期の段階であっても微細組織中では不均一な変形が生じていることが示唆された。微細組織と変形の不均一性の関係を評価するため、図 9 の IPF マップ中の 8 つの白枠内の領域を対象に、中断条件 4 における IPF マップ、KAM 値及び各ひずみ分布を評価した。その一覧を図 10 に示す。引張方向の変形を示す ϵ_x においては、領域 2、5、7、8 において、引張方向に垂直もしくはやや傾いた縦方向に伸長した組織の粒内もしくは粒界近傍で高ひずみを示した。領

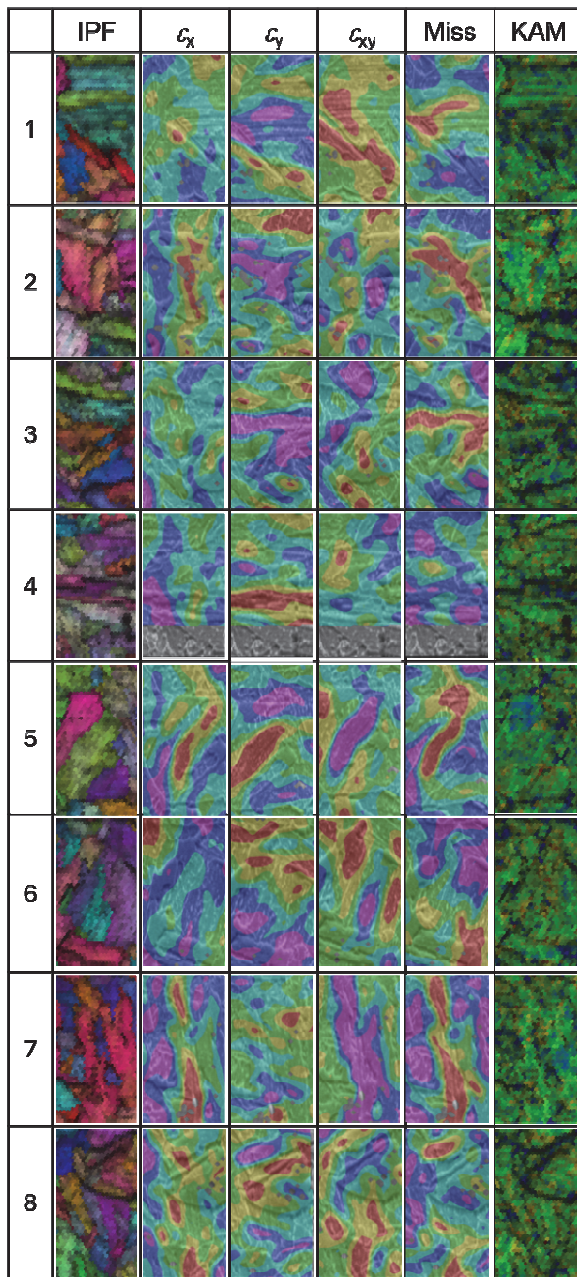


図10 中断条件4における DIC_によって評価した引張変形に伴う TM 材のひずみ分布の評価

域 1、3、4 の引張方向に沿う横長の繊維状組織内では、明瞭な ϵ_x の集中は確認できなかった。 ϵ_y においては、領域 1、4 において引張方向に伸長した組織に正負の高いひずみが生じている。 ϵ_y と ϵ_x の集中領域が完全に一致していないのは、微細組織中の変形がすべり変形によって生じているためと思われる。 ϵ_{xy} においては、正負両方で大きな変形が生じており、領域 1、3、5、6、7 などの細長いブロック粒内に高いひずみが集中していた。 ϵ_x 及び ϵ_y との相関については、両ひずみと相関が見受けられる場合もあるが、図 10 に含まないその他の領域も含めると ϵ_y のひずみと対応している頻度がやや多かった。相当ひずみにおいては、

5のように各ひずみが高いケースも見受けられたが、その他の領域においては必ずしも他のひずみとの相関は高くはなかった。KAM 値においては、高ひずみの領域ではKAM 値はやや高くなる傾向にあり、特に粒界近傍で顕著に高くなる傾向を示した。以上より、DIC によるひずみ解析によって、TM 材の微細組織中で生じる不均一変形は組織の形状の影響を受けることが示唆された。今後、組織の方位の影響や周辺組織による拘束効果を加味した分析を進めていきたい。

4. 結び

鉄鋼材料の強度特性を左右する微細組織中の組織因子を明らかにするため、SEM 内のその場観察によって引張変形に伴い微細組織中に生じる不均一変形をデジタル画像相関法によって分析した。本研究では、組織形態に依存しない高空間分解能でのひずみ解析を目指し、アルミニウムのナノ粒子をサンプル表面に塗布することで、デジタル画像相関法で必要となるランダムパターンの形成を試みた。ベイニティックフェライト組織を有する供試材においては、ひずみは結晶粒単位で分布している傾向があり、ラス組織中のひずみが低かった。一方で、化学腐食によって現出した粒界にAl 粒子が集積してしまい、組織内に均一にAl 粒子を分散させることが難しかった。焼戻しマルテンサイト組織を有する供試材においては、Al 粒子の塗布量を減らすことで、粒界への粒子の集積を防ぐことができた。ひずみの成分によってひずみが集中する形状が異なる傾向があり、微細組織中に生じる不均一変形は組織形状

の影響を受けることが示唆された。今後は、Al 粒子の塗布条件を改善するとともに、結晶方位の影響を加味した評価を進めていく。

謝 辞

本研究は、公益財団法人天田財団からの研究助成(2021年度一般研究開発助成 AF-2021012-B2)により実施した研究に基づいていることを記するとともに、同財団に深甚なる謝意を表します。また、SEM 内のその場観察は、国立研究開発法人量子科学技術研究開発機構六ヶ所フュージョンエネルギー研究所で実施した。同機構の核融合炉材料研究開発部核融合炉構造材料開発グループ・野澤貴史グループリーダーに御礼申し上げます。

参考文献

- 1) 南 秀和・中山恭平・森川龍哉・東田賢二・田路勇樹・長谷川浩平:鉄と鋼, 97-9 (2011), 493.
- 2) 南 秀和・池田博司・森川龍哉・東田賢二・眞山 剛・田路勇樹・長谷川浩平:鉄と鋼, 98-6 (2012), 303.
- 3) T. Nakata, H. Tanigawa: Fusion Engineering and Design, 87, 5-6 (2012), 589.
- 4) 中田伸生・西山真郷・古賀紀光・土山聡宏・高木節雄:鉄と鋼, 100-10 (2014), 1238.
- 5) 中田隼矢・伊藤和馬・上森 武・多田直哉:一般社団法人 日本機械学会 2016 年度年次大会 (2016) J0410301.