

戦略的創造研究推進事業 CREST
研究領域「革新的力学機能材料の創出に向けたナ
ノスケール動的挙動と力学特性機構の解明」
研究課題「異種変形モードの核生成制御による高
強度・高延性金属の実現」

研究終了報告書

研究期間 2019年10月～2025年03月

研究代表者:辻 伸泰
(京都大学 大学院工学研究科 教授)

§ 1 研究実施の概要

(1) 実施概要

軟質相と硬質相から成る DP (Dual Phase) 鋼、変形中に変形双晶が発生する TWIP (Twinning Induced Plasticity) 鋼、変形誘起マルテンサイトが発生する TRIP (Transformation Induced Plasticity) 鋼の三種類の鉄鋼材料のバルクナノメタル材(超微細結晶粒多結晶金属)を作製して、変形挙動とマクロ～マイクロ～ナノスケールにわたる変形中の組織変化を観察した。最先端電子顕微鏡法による変形時その場観察実験と原子シミュレーションを併用し、種々の変形機構(変形双晶およびマルテンサイト)の核生成過程を観察・解明した。さらに、変形中その場放射光 X 線回折・中性子回折やマイクロ DIC (Digital Image Correlation)法による局所ひずみ解析などを駆使することにより、異なる変形モードの核生成が材料全体の加工硬化の再生にどのようにつながるかを明らかにした。加えて、これらの成果をもと Phase Field-転位-結晶塑性解析モデルを構築して、最適な組織の探索と材料設計が可能なシミュレーション基盤を獲得した。そして、得られた一連の成果をもとに積層欠陥エネルギーと母相のマルテンサイト変態に対する安定性に着目して合金設計を行ない、異種変形機構の順次核生成によって、高い強度(900MPa)とともに、140%にも達する巨大な引張延性を有する鉄鋼材料を見出すことができた。

本研究では、実験グループと計算グループが本研究の目標に向かって一体となって研究を進める研究体制が構築できた。研究は計画通り順調に進展し、社会の需要に応える超高強度と高延性・韌性を両立した構造用金属材料の実現に資するとともに、基礎研究の発展に寄与する研究成果が獲得できた。また一連の研究の中から、従来の動的ひずみ時効に基づいたセレーション発生の考え方を大きく変える結果など、予期せぬ成果も数多く得られた。さらに、変形中の材料中の局所ひずみ・局所応力を定量評価し可視化する技術を構築し特許出願を行なつたほか、電子顕微鏡内の変形中その場観察により得られる転位の運動を、機械学習を利用して定量解析する手法の開発なども実施した。

金属材料の変形は、サブナノスケールで生じる原子と格子欠陥の運動が、ナノ～ミクロの幅広いスケールで存在する内部組織と相互作用しながら発展し、マクロスケールの材料変形挙動を発言するという、複雑な階層的現象である。こうしたマルチスケールの解析を計算機シミュレーションによって一気通貫に扱おうとする試みが従来からなされてきたが、必ずしも成功には至っていない。実験にも計算にも限界があり、一方でそれぞれでしか解明できない事柄がある。例えば、バルク材料の内部で起こっている原子スケールの変形過程を実験で直視することはできないが、原子シミュレーションであれば可視化できる。計算技術の発達とともに、実験と計算を区別して考えることはナンセンスになってきている。本プロジェクト中に北村アドバイザーからいただいたコメントのように、実験と計算を分けるのではなく、それぞれの得意な解析得意とするスケールで行い、それらをシームレスに統合することによって変形現象を明らかにする、実験・計算融合マルチスケール解析の有効性を、本チームの研究により証明できたと考えている。

(2) 顕著な成果

＜優れた基礎研究としての成果＞

1. TWIP 鋼における粒界からの変形双晶の核生成機構と加工硬化向上機構の解明:

概要: TEM 内変形その場観察と原子シミュレーションを連携し、バルクナノメタル化した TWIP 鋼(Fe-31Mn-3Al-3Si 合金)の粒界からの変形双晶の核生成を直接観察して、核生成機構を詳細に解明した。また変形中その場放射光 X 線回折実験と電子顕微鏡観察の結果より、TWIP 鋼における加工硬化の再生は、厚さ数十 nm 以下のナノ変形双晶がマトリクス結晶粒を微細に分断することに起因していることを見出した。(Sci. Rep. 11 (2021) 15870; Sci. Rep. 11 (2021) 19298; J. Mater. Sci. Tech. 86 (2021) 192 など)

2. TRIP 鋼の粒界における変形誘起マルテンサイトの核生成機構と加工硬化向上機構の解明:

概要: 村山 Gr による TEM 内変形その場観察と下川 Gr による原子シミュレーションを連携し、バルクナノメタル化した TRIP 鋼(Fe-Ni-C 合金)における変形誘起マルテンサイトの核生成を TEM 内で直接観察し、核生成機構を詳細に解明した。また変形中その場中性子回折実験により、TRIP 鋼においては軟質な FCC オーステナイト母相と硬質なマルテンサイトの間で荷重

(応力)が分配され、それが加工硬化に重要な影響を与えていていることなどを定量的に解明した。さらに得られた結果をもとに、Phase-Field・転位・結晶塑性-FEM 解析モデルの構築にも成功した。TWIP および TRIP 現象は Ti 合金やハイエントロピー合金においても注目されており、1 および 2 は高強度・高延性金属の材料設計にインパクトを与える成果である。*(J. Mater. Sci. Tech.* 17 (2022) 2690; *Acta Mater.* 256 (2023) 119139; *J. Mater. Sci. Tech.* 176 (2024) 69; *Acta Mater.* 265 (2024) 119629 など)

3. 軟質相と硬質相からなる金属材料の Phase-Field・転位・結晶塑性-FEM 解析モデルの構築:
概要: 軟質なフェライト相と硬質なマルテンサイト相から成る DP 鋼は、単純な炭素鋼においても高強度と高延性の両立を実現することが知られている。Phase-field 法および機械学習を援用して力学特性に優れた微細組織を現実の材料に近い形で提案する手法を開発した。これをもとに、DP 鋼の応力-ひずみ応答と組織発展をよく再現するモデルを構築した。この成果に立脚し、TWIP 材料、TRIP 材料においても応力-ひずみ関係と組織発展を同時に再現する Phase-Field・転位・結晶塑性-FEM 解析モデルを獲得した。DP 鋼、TWIP 鋼、TRIP 鋼の組織・力学発展の予測に適用可能な本モデルは、優れた力学特性を得るために組織設計および材料設計シミュレーションのツールとして今後大いに活用が期待され、本プロジェクトの重要な成果である。(辻 Gr、志澤 Gr にて近日中に論文投稿)

＜科学技術イノベーションに大きく寄与する成果＞

1. 異種変形モードの順次核生成による超高強度・高延性合金の発見:

概要: 本研究構想の目標である、異なる変形モードを順次核生成することのできる、高強度・高延性を両立した究極の構造材料を創製することに成功した。最初に得られた FeCoCrV 系合金の結果をもとに、積層欠陥エネルギーと母相の安定性を制御した FCC オーステナイト系鉄系合金を設計し、転位すべり、変形双晶、変形誘起 BCC マルテンサイト変態を引張変形中に順次活性化することに成功した。同合金は、高い強度(900MPa)とともに、140%にも達する巨大な引張延性を示した。これらの成果は、当初構想で示したコンセプトの有効性を証明し、超高強度と高い延性・韌性を両立した次世代の革新的構造用金属材料の開発に大きく寄与することができる。(論文執筆中)

2. 材料中の局所応力分布を測定・可視化する手法の開発:

概要: DIC (Digital Image Correlation) 法を応用し、材料中の局所応力を定量測定し可視化する手法を着想し、特許出願(日本国特許:特願 2024-034130)するとともに、論文発表を行なった(Making stress visible: A method to quantify local stress distribution in metals using digital image correlation method. M-h.Park, S.Yako, Y.Takeda, A.Shibata, N.Tsuji: *Scripta Materialia* 252 (2024) 116265)。本手法は三次元への拡張も可能であり、材料の変形解析や診断に威力を発揮する可能性を持っている。

3. 機械学習の援用により変形時の動的挙動を高速でイメージングする電子顕微鏡手法:

概要: 透過電子顕微鏡法、特にナノスケール・リアルタイム直視観察は、近年触媒・電池材料など機能材料の分野でも応用が進められており、得られた大量のデータから定量解析や三次元可視化を行うための手法開発への関心が高まっている。直視観察により得られた「塑性変形に伴う硬質相の動的核生成挙動」を定量解析すると同時に、変形時の動的挙動の三次元可視化を目指した手法開発を行なった。機械学習法を主としたデータ科学的手法を積極的に取り入れ、動画のような大量のデータを人的作業によらず迅速に処理でき、さらに個々の画像から定量的な情報を二次元・三次元で抽出可能な手法の開発に成功した。

Towards data-driven next-generation transmission electron microscopy. *Nature Materials* 20, 274-279 (2021) 他、原著論文、解説、著書など 6 報

＜代表的な論文＞ (下線説明: 研究代表者、主たる共同研究者、研究参画者)

1. Grain size altering yielding mechanisms in ultrafine grained high-Mn austenitic steel: Advanced TEM investigations. Chang-Yu Hung*, Yu Bai, Nobuhiko Tsuji, Mitsuhiro Murayama: *Journal of Materials Science & Technology*, 86 (2021), pp.192-203. (IF=11.2)
DOI : 10.1016/j.jmst.2021.01.031

概要: TWIP 鋼(Fe-3Mn-3Al-3Si)において、マトリクスの結晶粒微細化とともに変形モードが通常の転位すべりから、粒界からの変形双晶および積層欠陥の核生成へと遷移することを電子顕微鏡によるナノ組織観察等により明らかにした。粒界からの核生成は粒径 1μm 以下で活発となった。村山 Gr と辻 Gr の共同研究成果であり、これが下川 Gr による双晶核生成メカニズムの解明と志澤 Gr による力学モデル構築につながった。

Web of Science によると、本論文は Metallurgy & Metallurgical Engineering 分野における Top 9% Cited Paper (91st percentile, 39 citations) となっている。

2. A correlation between grain boundary character and deformation twin nucleation mechanism in coarse-grained high-Mn austenitic steel. Chang-Yu Hung, Yu Bai, Tomotsugu Shimokawa, Nobuhiro Tsuji, Mitsuhiro Murayama, *Scientific Reports*, 11 (2021), 8468. (IF=3.8)
DOI: 10.1038/s41598-021-87811-w

概要: 高 Mn TWIP 鋼の粒界における塑性変形モードの粒界性格の影響を TEM その場観察法を用いて調査した。粒界性格は結晶粒径と同程度の支配性を示すと予想されたが、はたして対称性の極めて高い粒界における変形双晶の核生成には主に粒内転位の移動・堆積による局所応力場の形成が必須であり、一方で、対称性の低いランダム粒界では粒界上における転位反応が直接変形双晶核生成を進行させる事が明らかとなった。観察結果に対して下川 Gr が三次元的な結晶塑性学的考察を行うことで、変形双晶の核生成が生じた粒界における力学条件や塑性変形の伝播(変形組織の発展)などを個々に記述することが可能となった。

Web of Science によると、本論文は Materials Science, Multidisciplinary 分野における Top 12% Cited Paper (88th percentile, 41 citations) となっている。

3. Quantitatively evaluating respective contribution of austenite and deformation-induced martensite to flow stress, plastic strain, and strain hardening rate in tensile deformed TRIP steel. W.Q. Mao, S. Gao, W. Gong, Y. Bai, S. Harjo, M.H. Park, A. Shibata, N. Tsuji: *Acta Materialia*, 256 (2023) 119139. (IF=8.3)
DOI: 10.1016/j.actamat.2023.119139

概要: TRIP 鋼の優れた加工硬化特性と高強度、高延性の理由を初めて定量的に解明した。高 Ni TRIP 鋼に対して引張変形中のその場中性子回折実験を適用し、変形中の回折ピークのシフトから格子弹性ひずみを定量化して、それより FCC 母相(オーステナイト)および変形誘起マルテンサイト相が受け持つ格子弹性応力(相応力)を定量化した。一方、回折ピークのプロードニングから得られる各相中の転位密度や、ナノインデンテーションにより測定した各相の硬さ(強度)をもとに各相の受けたひずみを見積もった。これらのデータから FCC 母相とマルテンサイト相それぞれを分離した応力-ひずみ曲線を得ることに成功し、試料全体の変形や加工効果に及ぼす各相の役割を定量的に解析することに成功した。

Web of Science によると、本論文は Metallurgy & Metallurgical Engineering 分野における Top 2% Cited Paper (98th percentile, 39 citations) となっている。

§ 2 研究実施体制

(1) 研究チームの体制について

① 辻グループ

研究代表者: 辻 伸泰 (京都大学工学研究科 教授)

研究項目

- ・種々の粒径や硬質相分布状態を有する二相材料の創製
- ・軟質相と硬質相から成る二相鋼のマクロ力学特性と変形機構の解明
- ・種々の粒径を有する TRIP 鋼・TWIP 鋼の創製とマクロ力学挙動解明
- ・粒界・界面からの硬質相の核生成のメソスケール直視観察
- ・TWIP 材料における不均一変形帶の運動とセレーションに与える影響の解明【追加項目】

② 村山グループ

主たる共同研究者: 村山光宏 (九州大学先導物質化学研究所 教授)

研究項目

- ・粒界・界面からの硬質相の核生成のナノスケール直視観察と力学物性解析
- ・TWIP 材料における不均一変形帯の運動とセレーションに与える影響の解明【追加項目】
- ・機械学習の援用により変形時の動的挙動を高速でイメージングする電子顕微鏡手法と装置環境の開発【追加項目】
- ・TEM その場観察から得られる転位の運動などの変形時の動的挙動を定量解析するため、機械学習を応用した動画解析手法の開発【追加項目】

③ 下川グループ

主たる共同研究者: 下川智嗣 (金沢大学理工研究域 教授)

研究項目

- ・種々の粒径や硬質相分布状態を有する二相材料の変形応答に関する力学シミュレーション
- ・原子シミュレーションによる粒界・界面からの硬質相の核生成機構解明
- ・TWIP 材料における不均一変形帯の運動とセレーションに与える影響の解明【追加項目】

④ 志澤・村松グループ

主たる共同研究者: <2024年3月まで>志澤一之 (慶應義塾大学理工学部 教授)

<2024年4月から>村松真由 (慶應義塾大学理工学部 准教授)

研究項目

- ・二相材料の Phase-field・転位-結晶塑性解析による組織形成シミュレーション
- ・種々の粒径や硬質相分布状態を有する二相材料の変形応答に関する力学シミュレーション
- ・TRIP 材料・TWIP 材料の変形に関する Phase-field・結晶塑性 FEM 解析
- ・TEM その場観察から得られる転位の運動などの変形時の動的挙動を定量解析するため、機械学習を応用した動画解析手法の開発【追加項目】

(2)国内外の研究者や産業界等との連携によるネットワーク形成の状況について

- ・科研費・国際先導研究に採択され、本研究の成果を発展させるテーマ等を題材に、博士学生・ポスドクの海外研究期間派遣を通じた人材育成を開始した。その他にも、幅広い海外共同研究網を構築した。(辻グループ)
- ・日本機械学会の A-TS01-15(マルチスケール計算固体力学)研究会内ならびに日本材料学会の塑性工学部門委員会内で組織形成を伴う転位-結晶塑性解析の情報交換を行い、関連研究者とのネットワークを強化。(志澤グループ)
- ・JST さきがけ「ナノ力学」の若手研究者と結晶欠陥の数学的表現について共同研究を行い、海外誌 *Acta Mechanica Sinica* に論文を投稿した(査読中)。(志澤グループ)
- ・本研究で得られた成果をさらに展開するために、国内外の研究者とそれぞれ共同研究を開始。(各グループ、多数)