

PRESS RELEASE (2024/10/16)

マルチスケール・マルチディメンジョン・マルチモーダルイメージング - 新しい統合材料解析技術の開発と先進自動車用鋼板への適用 --

ポイント

- 特性や信頼性に優れた金属等の先端材料は、我が国のものづくりを支え、産業的な競争力の源 泉です。その開発のため、従来の分析・計測法から飛躍した新しい材料解析法が望まれます。
- ② 最近、SPring-8(※1)では、マルチスケール(ナノ~マクロ)、マルチディメンジョン(3D/4D(※2))
 という特徴を持つ先進イメージング技術が開発されました。この研究では、これにさらに結晶 組織を解析する X 線回折法を融合し、マルチモーダル材料解析技術として完成させました。
- ③ 従来、構造材料の分析には多数の機器を必要とし、手間がかかるわりに断片的で不確かな情報 しか得られず、非効率でした。開発法では、1本の試験体を評価するだけでナノ・ミクロ構造 とマクロ特性とを直接結ぶ確度の高い情報が得られます。次世代自動車鋼板に開発法を試用し、 鉄鋼の精緻で効率的な制御指針が得られ、開発法の優位性・実用性が実証されました。

概要

従来の材料評価・解析は、表面で得られる二次元(2D)情報に基づくため、破壊等の挙動を正確に把握するのは困難でした。SPring-8 では、数年前にナノからマクロまでカバーするマルチスケール、3D 画像を連続取得するマルチディメンジョンという特徴をもつ高エネルギー先進 X 線 CT 法(※3)が実現され、「何が、どこで、なぜ、どのように」を把握する試みがなされています。

九州大学大学院工学研究院の戸田裕之主幹教授と藤原比呂助教は、京都大学工学研究科の平山恭介 助教(現:香川大学創造工学部准教授)、SPring-8 の竹内晃久、上椙真之両主幹研究員らと共同で、 特殊な方式のX線回折(※4)技術を開発してこれを先進X線CT法に融合しました。これは、3つの計 測・イメージング法を並列させて切替えながら、ただ1個の試験体を集中的に評価・分析・解析する、 世界でも初めての本格的なマルチスケール・マルチディメンジョン・マルチモーダル(以下、3M)材 料評価技術です。

研究グループは、次世代自動車用鋼板である TRIP 鋼(※5)にこの技術を試用しました。TRIP 鋼に 外力を加えた時の材料組織変化や損傷挙動をこれまでの材料解析より飛躍的に高い精度と確度で評 価しました。そして、現象を規定する材料組織学的な因子を特定すると共に、ナノ・ミクロ材料組織 を積極的に制御して TRIP 鋼の特性を制御できる材料設計指針を解明することができました。 本研究成果は国際学術誌 Acta Materialia に 2024 年 10 月 6 日(日)に掲載されました。



鉄鋼材料内部の結晶粒の分析・計測例 負荷による結晶粒の変化や破壊を3D/4D可視化した例。

研究者からひとこと: 1997 年に世界最大・最 強の放射光施設として誕生した SPring-8 も、 第4世代へと進化します。その飛躍的な性能向 上を利用し、モノの中身を精緻に見てイノベー ションを創出する「質の革命」が謳われていま す。これにより、2050 年まで我が国社会の持 続的な発展を支えることが期待されています。 この研究は、金属材料などに対してその「モノ の中身を精緻に見る」手法を開発し我が国が得 意とする先進鉄鋼材料に応用したものです。

【研究の背景と経緯】

○基盤研究の背景と経緯

現在の材料の評価・解析は、材料表面に可視光や電子線、X線などを照射して得られる二次元(2D)の 画像や各種情報を組み合わせるものがほとんどです。様々な高価で複雑な分析・計測機器を使いこなし、 多数の異なる試験体を評価し、それぞれの機器から得られる断片的で不確かな情報を寄せ集めてから人 間が考えて答えを出すプロセスが欠かせません。研究者・技術者の意志や判断といった不確実な要因が 介入することで、往々にして真実とは異なる評価結果が導かれることになります。この様な評価・解析 では、材料の内部でどのような現象が生じているかを漠然と把握することはできても、どこで、なぜ、 どのようにそれが生じているのかを捉まえるのは、極めて困難でした。

21 世紀に入ってから、SPring-8 などの大型放射光施設では、X 線 CT 法により材料内部を 3D/4D 観察し、その「何が、どこで、なぜ、どのように」を材料内部の直接観察により把握しようとする試みがなされています。この技術は年々進歩し、SPring-8 では、数年前にナノからマクロまでのサイズスケールをカバーするマルチスケール、3D 画像を連続取得するマルチディメンジョンが高い X 線エネルギー領域で実現されました。高エネルギー領域まで適用範囲が拡張されたことで、元々X 線が透過し難い金属材料にも材料内部の直接 3D イメージングが適用できるようになりました。

しかし、この様なアプローチにも限界があります。単に材料内部の状態を観察しただけでは、「何が、 どこで、どのように」はある程度理解できても、「なぜ」に迫るのは困難でした。そこで我々は、X 線回 折を援用することを考えました。ただし、通常行われる X 線回折法の計測では、X 線 CT 法で得られる 高精細な 4D 画像に対応する詳細な情報は得られません。そこで、X 線ビームの直径を 1mm の 1/1000 程度にまで細く絞り、試験体に対してラスタースキャン(※6)をかけながら、全てのビーム位置で試料を 1 回転させながら、合計で数十万枚の画像データを得る技法を開発しました。これにより、試料の全て の位置に全ての方向から X 線を入射した時の局所的な X 線回折データを得ることができ、高分解能 X 線 CT により得られる全ての微細な内部構造に対して詳細情報を明らかにできる様になりました。高度 な画像解析と画像処理により、X 線 CT と X 線回折のデータを精密に対応させることで、「どこで、な ぜ、どのように」が人間の意志や判断が介入しない形で解明できます。「なぜ」の理解は材料に関する学 術を確固たるものにしますが、これを産業的にも利用することで、イノベーションの創出にまで繋がる ものと期待しています。

折しも、現在、SPring-8 は、2029 年頃の供用開始を目指して、SPring-8-II(※7)へのアップグレード が検討されています。SPring-8-II へのアップグレードにより、X線の輝度は大幅に向上し、極めて明る い高エネルギーX線が利用できる様になります。また、世界トップレベルのナノビームも利用できるよ うになります。これら一連の技術革新は、我々の開発したマルチスケール・マルチディメンジョン・マ ルチモーダル材料評価技術を飛躍的に高度化できる可能性を提供します。つまり、このトライアルより もはるかに短時間、より高精度、そしてより多様な材料解析手法の実現が期待できます。今回の開発は、 その意味で、時宜にかなった研究成果と言えます。

○応用研究の背景

TRIP 鋼は、外力が加わると金属組織がより強いもの(マルテンサイトと呼ばれる)に変化する(相変 態(※8))というユニークな特徴を有しています。用いた材料は、軟らかいフェライト中に、やはりある 程度軟らかい残留オーステナイトと呼ばれる準安定な相が 27%程度分散したものです。この材料に外 力がかかると、残留オーステナイトがマルテンサイトに相変態します。この仕掛けにより、TRIP 鋼は優 れた強度と延性のバランスを有しながら、衝撃吸収能にも優れるため、次世代自動車用鋼板として期待 されているのです。

困ったことに、この相変態は材料を切る・磨くといった通常の材料処理でも生じてしまうことから、

TRIP 鋼の相変態の挙動を内部観察するには、非接触で観察・解析することが必須です。そこで、従来 は、通常の X 線回折等の計測が TRIP 現象の相変態の研究に利用されてきました。しかし、これでは広 い領域の平均的な相変態挙動が分かるに過ぎず、「どこで、なぜ、どのように」の理解が進みませんでし た。早期に(ないしは遅れて)相変態する領域はどこか?材料が破壊する起点はどこか?それらの支配 因子は何か?どの様なプロセスで生じるのか?そして、どの様なナノ・ミクロ組織に支配されるのか? それを工学的に制御するには?等々、TRIP 鋼の研究開発には、長年の懸案が多く残っています。これら の解決なくしては、TRIP 鋼の相変態や破壊特性の真の理解や、それに基づく精緻で効率的な材料組織 設計の実現は叶いません。

【研究の内容と成果】

○実験内容

本研究では、高低2水準の空間分解能を持 つX線CT(図1の(a)と(b))とミクロンオー ダーまで細く集光したX線ビームをラスター スキャンしながら試料を回転させる特殊なX 線回折(図1(c))とを融合した3M材料評価 技術を開発しました。そしてこれをTRIP鋼 に応用し、応用研究における懸案の解決をも 併せて試みました。

図 1(b)の装置は、20-37keV の高エネルギ ー領域をカバーする X 線顕微鏡タイプです。 フレネルゾーンプレートと呼ばれる X 線用の レンズを利用して、約 0.14 ミクロンと非常 に高い空間分解能を実現しています。これ は、SPring-8 の性能(高輝度、高エネルギ ー、高精度など)や利点(大規模)をフルに



図 1 マルチスケール・マルチディメンジョン・マルチモーダル材料 評価技術を構成する 3 つの実験装置

これを1カ所に設置して切替えながら計測する。

活用したものです。ちなみに、図1(b)の装置は、全長約245mと、X線顕微鏡としては世界最大のものです。これら3つのセットアップをSPring-8のビームラインBL20XUに設置し、少しずつ外力(引張)を加えながら、1本のTRIP鋼試験体(観察部分の直径と高さは、いずれも約0.1mm)を約2日間かけて観察・計測しました。

この3つのセットアップは、試験体はそのままで、数分内に切り替えることができます。マルチモー ダル評価の実現は、高精度で高速回転する回転ステージの導入などのハードウェアの整備、3つのセッ トアップで得られたデータの精密位置合わせを可能にする実験シーケンスの確立、それに各種アルゴリ ズムやソフトウェアの開発により実現されました。図1(b)の装置では、外力を少し増やす度に約3600 枚の画像を取得し、それを1枚の3D画像に再構成します。同様に、図1(c)の装置では、各ステップで 約10万枚のX線回折画像を取得します。これらのデータを大学に持ち帰り、3D/4D画像処理・画像解 析を適用することで、今回の研究成果を得ました。

○応用研究成果

図2は、170個の残留オーステナイト粒の3D像 を示しています。これらに順次外部負荷を加えた 時に、それぞれの粒がどのように変化するかを示 しています。結晶粒の色は、X線回折で計測した結 晶粒の向き(専門的には結晶方位)に対応していま す。図から、ほとんどのオーステナイト粒が同じ方 向に配向していることが分かります。まず、材料に 1.5%のひずみを加えると、オーステナイト粒はか なり消滅し、さらに 5.6%までひずみをかけると、 かなりの数のオーステナイト粒が消滅してマルテ ンサイトに相変態しました。

従来の研究では、オーステナイト粒の形態(針 状、塊状、板状)が相変態挙動を支配すると考えら れていました。しかし、図3(a)に示す様に、このよ うに単純化した形態の分類では、相変態の早晩を 理解できませんでした。そこで、図2の様に3D複 雑形状を呈するオーステナイト粒の形態やサイ ズ、向きを表すパラメーターを多数(20個)定義 し、相変態の速度との関係を調べました。その結 果、図4(a)に示す様に、オーステナイト粒の形状



の歪さを示 すパラメー

ターである p7 と p8 が特に高感度な指標として選定されました (※9)。図 3(b)には、選定したパラメーターp7 とオーステナイト 粒の相変態速度との関係を示します。p7 が大きい場合、相変態は 急速に生じることが分かります。この様に、相変態の速度を規定 する形態因子を特定することで、TRIP 鋼のミクロンレベルの形態 やそのばらつきの精緻な制御が可能になります。

相変態の後に生じる材料の損傷を示したのが図5です。外力を かける前の図5(a)でも製造工程に起因するボイドが若干見られま すが、図5(b)の破断前にはさらに多くのボイドが発生して成長し、 破壊をもたらす亀裂を生成する直前の状態であることが分かりま す。その損傷とオーステナイト粒の形態やサイズ、向きの関係を 同様に調べたのが図4(b)です。ここでもやはりオーステナイト粒 の形状の歪さの重要性が明らかになっています。実際、ボイドを 発生させないオーステナイト粒のp7値が平均で7,000程度であ ったのに対し、ボイドを発生させる弱いオーステナイト粒のp7値 は30,000程度であり、両者の間には大きな差が見られました。観 察範囲では、外力を加えるに従い100個以上の微細な空洞(以降、



図2 観察対象領域内のオーステナイト粒とその配向方向 X線CTで可視化した結晶粒にX線回折で計測した方位情 報を色(青~赤~緑)として加えたもの。

図 3 (a)従来の評価指標、および(b)3M 材料評価技術 により選定されたパラメーター指標による相変態の整 ボイド損傷の一種)が形成されました。これらは、オーステナ イト粒が相変態して生成したマルテンサイト粒が破壊して生 じていました。また、外力負荷過程の比較的初期に発生したボ イドが著しい成長を示しました。このことは、早期に相変態す るオーステナイト粒ほど損傷を受け易く有害であり、その除去 や低減などの材料組織制御が重要であることを意味していま す。また、図6に示す様に、オーステナイト粒の周囲の様子(他 のオーステナイト粒が隣接してあるのか、その形態やサイズ は、など)も損傷に大きな影響を与えることが分かりました。 オーステナイト粒の分布に粗密があれば、粗な領域でオーステ ナイト粒が自由に変形できるため、ボイドが早期に生成し、か つ急速に大きくなりました。このように、いくつかの要因の影 響の重ね合わせが、ボイドの発生と成長に影響を与えることが わかります。

○明らかになった材料設計指針

ボイドの生成は、強度・延性といった材料使用時の特性低下 だけではなく、ものつくり段階の成形性の悪化にも繋がりま す。本研究では、材料を変形させる初期に生じたボイドの制御 が材料の特性向上にとって重要と判明しました。また、生成す るボイドは、ほとんど全てがオーステナイト粒を起源として発

生しました。そのため、オーステナイト粒の制御が 損傷の制御に直接繋がります。つまり、大きな外力 がかけられて初めてオーステナイト粒の相変態が生 じ、ボイド生成が抑制される事が望ましいと言えます。 したがって、様々なミクロ組織制御により、オーステ ナイト粒の安定性を下げる事が重要で、特に一部の高 安定性のオーステナイト粒を標的に、それらを除去な いし低減することが損傷抵抗の効果的な向上に繋がり ます。また、オーステナイト粒サイズの均一化やラン ダム分散化により、オーステナイト粒同士の干渉効果 を制御する事も損傷抑制のために有効と考えられま

す。これらは、3M 材料評価技術の適用ができさえすれ

ば、オーステナイト粒の形態や表面性状の複雑さを表す高感度なパラメーターを頼りに正確に評価する ことができます。これは、コスト的、装置的にも、これまでの産業的な各種対策と比べてもむしろ容易 に実現できるものでしょう。今回見出した材料設計指針は、先端分析計測法によりながらも、工業的に は実施し易い技術と言えます。

【今後の展開】

3M 材料評価技術は、高い X 線エネルギーが利用できる大型シンクロトロン放射光施設で、かつアン ジュレーターと呼ばれるデバイスを用いて高輝度が得られる施設でのみ実施可能です。3M 材料評価に 必要な分解能や機能性は、企業や大学で用いられている産業用 X 線 CT 装置では実施できません。それ では、この技術は特殊すぎて日常の科学研究や材料開発には使えそうにないと思われるかも知れません。



図 4 3M 材料評価技術による(a)相変態および(b)損傷 を支配する形態パラメーターの選定



図5 TRIP 鋼中のボイド(赤色)の発生状況定

まず、SPring-8-IIの実現により、3M 材料評価技術の 飛躍的な高速化が期待できます。これにより、この技 術のある程度の汎用化が期待されます。また、3M 材 料評価技術とより低い空間分解能を持つ産業用など のX線CT装置を組み合わせて用いることも、有効と 考えられます。例えば、成果の項で紹介したパラメー ターp7 は、高精細 3D 画像で見られる局所的な形状 の複雑性を反映します。これは、より汎用的で解像度 などが劣る産業用などの X 線 CT 装置では、微妙な画 素値の揺らぎとして写るでしょう。この画素値揺らぎ などを定量化して p7 との相関性を求めれば、一度 3M 材料評価を実施しておくだけで、あとは企業などで各 種製造パラメーターの制御・管理が可能になるものと 期待されます。この技術は、何も鉄鋼に限らず多種多 様な金属材料や他の有機・無機材料に適用可能です。 例えば、高強度材料のさらなる高強度化、高強度と延 性を両立する材料の創製、信頼性向上、機能性の発現 等が期待されます。これは、カーボンニュートラル時 代に航空機、新幹線、自動車といった各種輸送用機器 などで加速する軽量化を実現するためにも、重要な手 段になるものと期待されます。

$d_{\rm eqv.} = 4.8 \ \mu m$ Focused grain $\varepsilon_{\text{trans.}} = 5.6\%$ 3.4 u $\varepsilon_{\text{trans.}} = 7.7\%$ $\varepsilon_{\text{trans.}} = 12.3\%$ $\varepsilon_{\text{trans.}} = 19.5\%$ h 3.9 µm ³ μ_m 3 μm $\varepsilon_{appl.} = 0 \%$ $\varepsilon_{appl.} = 1.5 \%$ $\varepsilon_{appl.} = 5.6 \%$ (a) 周囲のオーステナイト粒が小さい場合の相変態挙動 $d_{\rm eqv} = 5.4 \ \mu {\rm m}$ 3.3 µm 6.3 um 3 µm 3.9 µm 3 µm $\varepsilon_{appl.} = 0 \%$ $\varepsilon_{appl.} = 1.5 \%$ $\varepsilon_{appl.} = 5.6 \%$ (b) 周囲のオーステナイト粒が粗大な場合の相変態挙動 <u>특</u> 2.0 initiated from grain of (a) $d_{\rm eqv.}$ initiated from grain of (b) Equivalent spherical diameter of voids, 0.0 10 15 20 25 30 Applied strain, $\mathcal{E}_{appl.}$ (%)

【用語解説】

(※1) SPring-8

理化学研究所が所有し、JASRI が利用者支援などを 行う世界最高性能の放射光を生み出す大型放射光施 設。放射光とは、電子を光速にほぼ等しい速度まで加

(c) 上記(a)と(b)に示したオーステナイト粒の損傷成長速度の違い



速し、磁石によって進行方向を曲げた時に発生する超強力な電磁波のことです。SPring-8 では、世界最 大の X 線イメージング装置が構築されており、ナノテク、バイオなどの最先端の研究に応用されていま す。

(※2) 4D

四次元。3D(三次元)に時間軸を足したものです。4D 観察は、一眼レフカメラの連写の様に 3D 画像を連続的に取得することです。現実の物体は全て 3D であり、4D 観察ではその変化を克明に記録する ことができるため、様々な現象の理解や解明に非常に有効な手段となります。

(※3) X線CT

CT は、Computed Tomography(コンピューター断断層撮影法)の略語。病院では骨や臓器を 3D で 観察するのに用いられます。一方、SPring-8 では、金属材料の組織の超高分解能 3D 観察が可能で、病 院の CT 装置に比べて、千~1万倍も高い解像度での 3D 連続観察(4D 観察)ができます。

(※4) X 線回折

X線回折は、結晶(原子が規則正しく配列した物質)にX線を照射した時に現れるX線の回折(X線の進行方向の変化)を計測し、結晶の構造や状態を調べる技術です。ここでは、1ミクロン程度まで細く絞ったX線ビームを試験体の全ての位置に全ての方向から照射することで、材料の局所的な情報を得る特殊な計測法を開発しました。

(※5) TRIP 鋼

TRIP 鋼は、フェライト相と室温で準安定な残留オーステナイト相からなる複合組織を持ちます。TRIP 鋼に外力が加わると、残留オーステナイトが硬く強いマルテンサイト相へと変化(相変態)します。ど の程度の外力で TRIP 鋼が変態するのか精密に制御できれば、自動車などの高性能化や衝突安全性向上 に大きな効果が期待されます。

(※6) ラスタースキャン

昔のブラウン管のように、細く絞ったビームを例えば右上端から左上端まで直線状に走査し、次いで 走査する位置を少しずつ下方にずらしながら、最終的には平面全体を走査する方法です。

(%7) SPring-8-II

約 30 年前に世界最大・最強の放射光施設として誕生した SPring-8 の加速器のアップグレードを行い、100 倍以上も明るい高エネルギーX 線を得る計画です。これにより、2050 年までのイノベーション 創出を支え続ける科学技術基盤を形成すると共に、我が国の国力の持続的発展に不可欠な共用資源が確 保できます。

(※8) 相変態

金属、合金やセラミックスは、温度を変化するか、もしくは外力を加えることで、ある一つの相から 異なった結晶の構造・配列を持つ他の相へと変化する現象です。鉄鋼のオーステナイト→マルテンサイ ト相の相変態が高温からの焼入れによって得られ、高硬度や強靭性をもたらすことはよく知られていま す。マルテンサイトは、外力の負荷や変形によっても生じ、加工誘起変態とも呼ばれます。

(**※**9) p7、p8

p7 と p8 は、それぞれ 3D 画素分布のばらつきと非対称性を示す関数です。粒形状の歪さ、複雑形状、 偏りなどを示します。これらが小さいと単純形状で平滑な表面、大きいと複雑・不規則な形状で表面も 凹凸や屈曲の多いものとなります。それらの内容に関しては専門的に過ぎるので、ここでは省略します。 なお、詳細(数式)は、論文に掲載されています。

【謝辞】

本研究の一部は、JSPS 科研費 JP21H04624 の助成を受けています。

【論文情報】

掲載誌:Acta Materialia

タイトル: Multimodal assessment of mechanically induced transformation and damage in TRIP steels using X-ray nanotomography and pencil-beam diffraction tomography (和訳:X 線ナノトモグ ラフィーとペンシルビーム X 線回折トモグラフィーを用いた TRIP 鋼の応力誘起相変態と損傷のマルチ モーダル解析)

著者名:Hiroyuki Toda(責任著者), Chiharu Koga, Kyosuke Hirayama, Akihisa Takeuchi, Masayuki Uesugi, Kyohei Ishikawa, Takafumi Yokoyama and Hiro Fujihara

D O I : 10.1016/j.actamat.2024.120412

【お問合せ先】 <研究に関すること> 九州大学工学研究院 機械工学部門 主幹教授 戸田 裕之(トダ ヒロユキ) TEL:092-802-3246 FAX:092-802-0001 Mail:toda@mech.kyushu-u.ac.jp 香川大学 創造工学部 材料物質科学領域 准教授 平山 恭介(ヒラヤマ キョウスケ) TEL:087-864-2205 Mail:hirayama.kyosuke@kagawa-u.ac.jp

<報道に関すること> 九州大学 広報課 TEL:092-802-2130 FAX:092-802-2139 Mail:koho@jimu.kyushu-u.ac.jp

京都大学 渉外・産官学連携部広報課国際広報室 TEL:075-753-5729 FAX:075-753-2094 Mail:comms@mail2.adm.kyoto-u.ac.jp

<SPring-8/SACLA に関すること> 高輝度光科学研究センター 利用推進部 普及情報課 TEL:0791-58-2785 FAX:0791-58-2786 Mail:kouhou@spring8.or.jp

 Kyushu University
 VISION 2030

 総合知で社会変革を牽引する大学へ