

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

- ① 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。

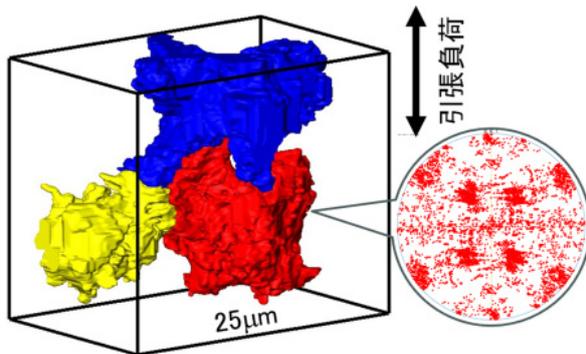
概要

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、上梶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。



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。

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となります。このような評価・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、このよう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方法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・マイ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、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。

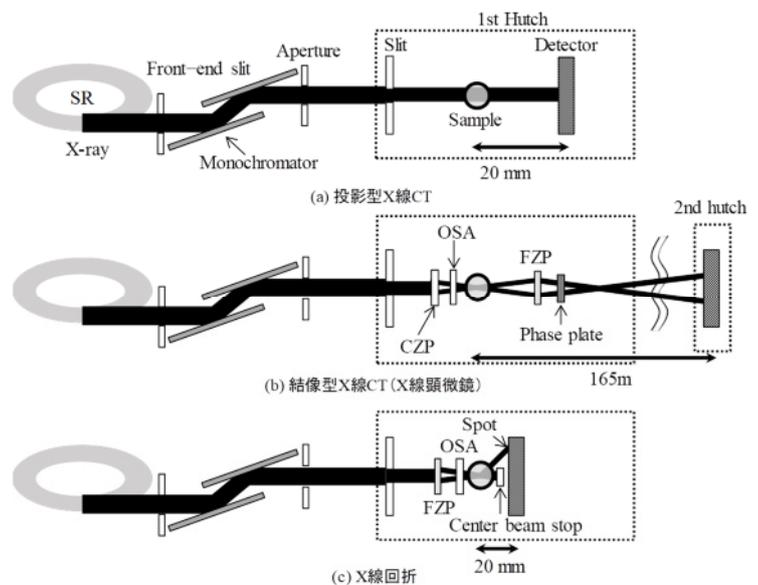


図 1 マルチスケール・マルチディメンジョン・マルチモーダル材料評価技術を構成する 3つの実験装置

これを 1カ所に設置して切替えながら計測する。

○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わかります。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、相変態の早晚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

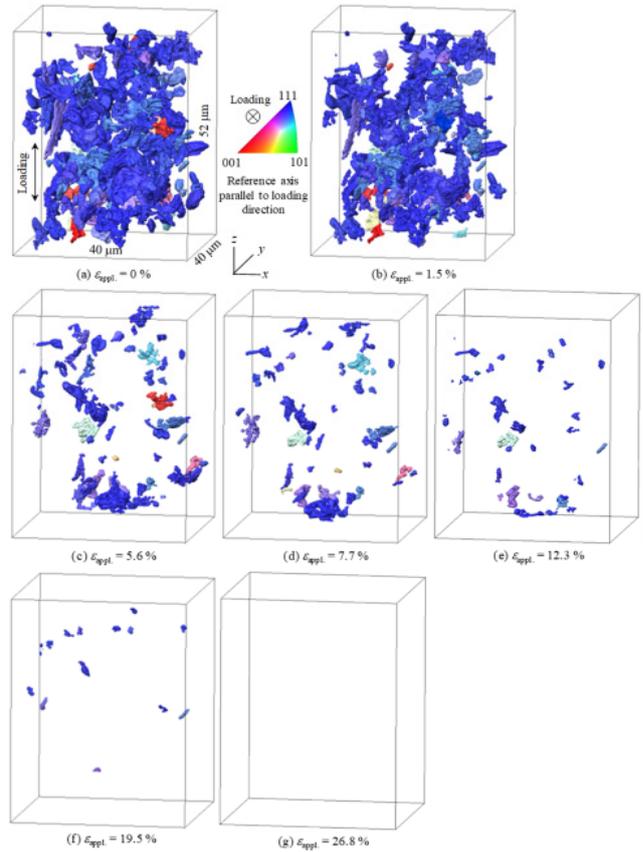
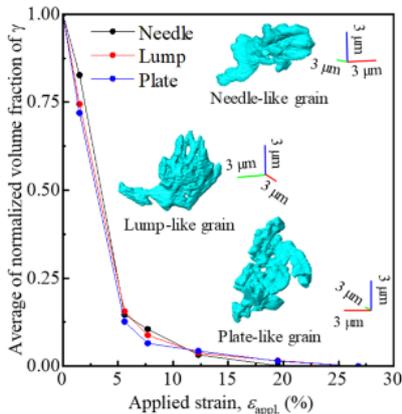


図2 観察対象領域内のオーステナイト粒とその配向方向
X線CTで可視化した結晶粒にX線回折で計測した方位情報を色（青～赤～緑）として加えたもの。

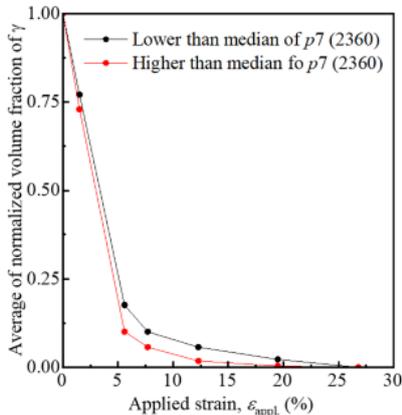
の歪さを示すパラメータ

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わかります。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ポ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ポ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わかります。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、ポ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、ポ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、



(a) 従来の研究で用いられた針状、塊状、板状という単純化した形態と相変態速度の関係



(b) 選定したパラメータp7とオーステナイト粒の相変態速度との関係

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指標による相変態の整

ポイド損傷の一種)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ポ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、ポ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、ポ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

ポイドの生成は、強度・延性といった材料使用時の特性低下だけではなく、ものづ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ポ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、生成するポイドは、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、ポ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、様々なマイ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。

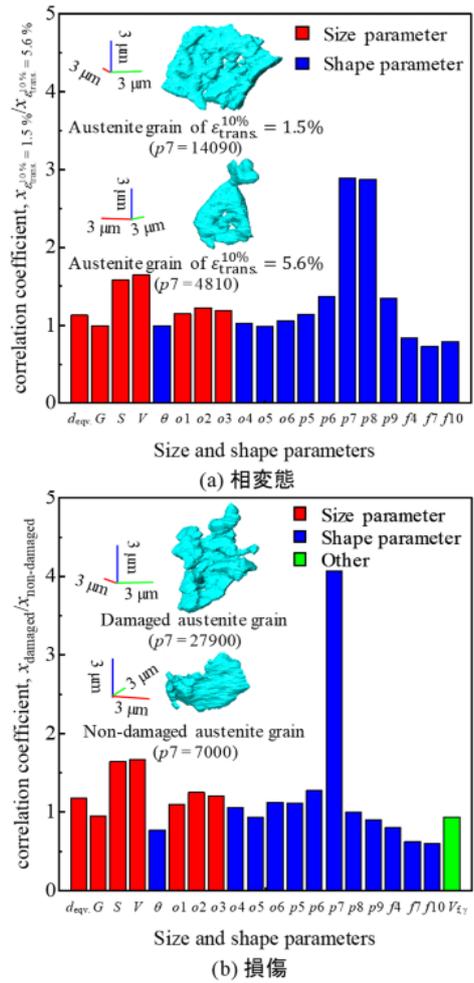


図4 3M 材料評価技術による(a)相変態および(b)損傷を支配する形態パラメータの選定

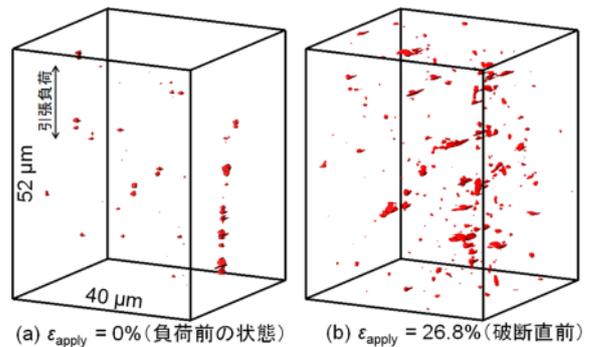


図5 TRIP 鋼中のポイド(赤色)の発生状況定

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 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。

【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。

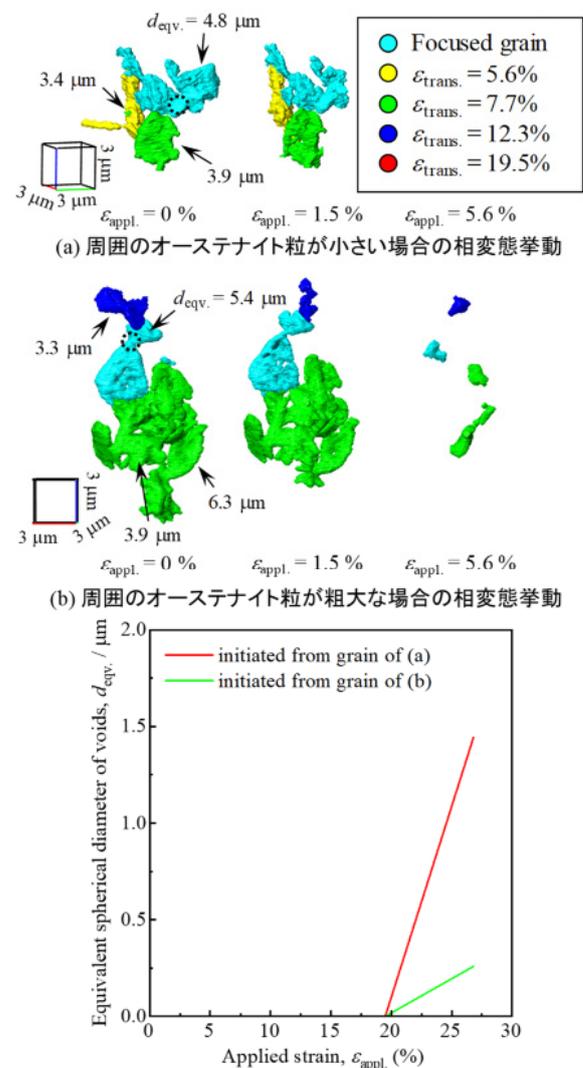


図 6 オーステナイト粒の周囲の様子の違いがそのオーステナイト粒の損傷速度に与える影響

(※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、高硬度や強靱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。粒形状の歪み、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とペンシルビーム X 線回折トモグラフィを用いた 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