

# 微視的ひずみ分布解析法：機能の多様性とその需要

小山元道<sup>1,\*</sup> 清水一行<sup>2</sup> 李志遠<sup>3</sup> 古賀紀光<sup>4</sup>  
西川嗣彬<sup>5</sup> 森川龍哉<sup>6</sup> 不動寺浩<sup>5</sup>

<sup>1</sup> 東北大学 金属材料研究所

<sup>2</sup> 鳥取大学 学術研究院 工学系部門

<sup>3</sup> 国立研究開発法人 産業技術総合研究所

<sup>4</sup> 金沢大学 理工研究域 機械工学系

<sup>5</sup> 国立研究開発法人 物質・材料研究機構

<sup>6</sup> 九州大学 大学院工学研究院 材料工学部門

J. Japan Inst. Met. Mater. Vol. 88, No. 11 (2024), pp. 253-269

© 2024 The Japan Institute of Metals and Materials

Overview

## Microscopic Strain Mapping: Functional Diversity and Their Demands

Motomichi Koyama<sup>1,\*</sup>, Kazuyuki Shimizu<sup>2</sup>, Shien Ri<sup>3</sup>, Norimitsu Koga<sup>4</sup>, Hideaki Nishikawa<sup>5</sup>, Tatsuya Morikawa<sup>6</sup> and Hiroshi Fudouzi<sup>5</sup>

<sup>1</sup> Institute for Materials Research, Tohoku University, Sendai 980-9577

<sup>2</sup> Department of Mechanical Engineering, Tottori University, Tottori 680-8552

<sup>3</sup> Research Institute for Measurement and Analytical Instrumentation, National Metrology Institute of Japan, National Institute of Advanced Industrial Science and Technology, Tsukuba 305-8568

<sup>4</sup> Faculty of Mechanical Engineering, Institute of Science and Engineering, Kanazawa University, Kanazawa 920-1192

<sup>5</sup> National Institute for Materials Science, Tsukuba 305-0047

<sup>6</sup> Department of Materials, Faculty of Engineering, Kyushu University, Fukuoka 819-0395

This paper reviews recent demands and developments of microscopic strain mapping towards understanding plasticity-related fracture mechanisms in metals. After development of the most solid strain mapping method, i.e., micro-grid method, various strain mapping methods with different demands have been proposed. For instance, to satisfy the requirements of strain accuracy, spatial resolution, temporal resolution, view field range, strain limit, etc., digital image correlation (DIC) method, sampling moiré method, and photonic opal crystal film have been developed and improved. Furthermore, to understand true origins of fractures, regressive strain mapping, three-dimensional strain mapping, and post-mortem strain mapping have been increasingly required for the situations of “nobody knows the crack nucleation site before cracking”, “stress-driven cracking occurs on a plane strain condition (specimen interior)”, and “in some instances, only a fractured sample is available”. For these demands, DIC method on replicas, computed-tomography-based strain mapping technique, and orientation-based strain analysis have been developed. In this paper, based on our recent works, the state-of-the-art techniques of strain mapping in metals are briefly introduced. [[doi:10.2320/jinstmet.J202408](https://doi.org/10.2320/jinstmet.J202408)]

(Received May 7, 2024; Accepted July 9, 2024; Published October 25, 2024)

**Keywords:** microscopic strain, strain mapping, temporal resolution, three-dimensional analysis, full-scale strain mapping, large strain mapping, post-mortem analysis

## 1. 緒言

一般に、金属材料のマクロ強度や破壊挙動は塑性不安定条件、界面強度、微視的応力発達、格子欠陥蓄積・運動ならびに  $\mu\text{m}$  から  $\text{mm}$  スケールの損傷発達に依存する。塑性不安定はくびれを誘起し、延性的破壊を引き起こす。引張試験において破断が試料くびれ後に起こる場合は、その引張強度は試料体積一定を仮定できる場合、以下の塑性不安定条件で決定される。

$$d\sigma_t/d\varepsilon_t = \sigma_t \quad (1)$$

ここで  $\sigma_t$  と  $\varepsilon_t$  は真応力、真ひずみを示し、 $d\sigma_t/d\varepsilon_t$  は加工硬化率に対応する。つまり、高強度材料を対象とする場合は流動応力が高いため、塑性不安定の発現条件は加工硬化能に強く依存する。このため、金属材料において高強度、高延性を両立させるためには、塑性変形中に発達する内部応力が緩和し難い転位組織発達を起こさせる必要がある。例えば、最密面心立方構造では積層欠陥エネルギーの低下が交差すべりを抑制し、加工硬化率を上昇させることが一般的に知られる。

しかし、応力緩和抑制による内部応力の上昇は局所応力の上昇を意味する。局所応力が上昇すると、強度、延性に関わる現象として起こることは2つである。1つは、局所応力を

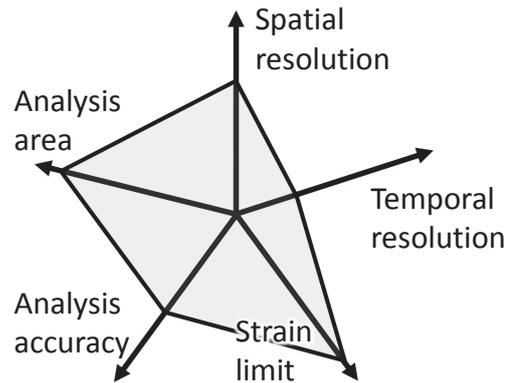
\* Corresponding author, E-mail: motomichi.koyama.c5@tohoku.ac.jp

駆動力としたき裂形成であり、2つ目は変位の適合性を保つために要求される転位密度の増大である。後者の格子欠陥蓄積が進行する場合においても、最終的にマイクロ変形(転位運動)により増大する局所応力が組織境界の破壊強度に達してき裂を誘起するか、空孔や転位などの欠陥集合体が形成することでボイドなどの欠陥が生まれる[1]と考える。ボイドやき裂が形成すると、それらを応力集中源[2]とする変形の集中が起こり、これに続くき裂進展・ボイド成長ならびにき裂・ボイドの合体に影響する[3]。これら損傷の発達が局所伸びに強く影響することは言うまでもないが、損傷発達が引張強度よりも低いマクロ応力で開始する場合は、塑性不安定条件に関係ない破壊の発現や、急激な加工硬化率の低下を引き起こすことで塑性不安定条件が早期に満たされ延性劣化に繋がることも報告されている[4]。鉄鋼材料の事例を挙げると、軟質相-硬質相二相組織[5, 6]や、すべり系が少ない稠密六方構造のマルテンサイトを有する組織[7-9]では単調引張変形中における損傷発達が著しく、問題視されている。また、引張強度以下で起こる破壊現象の1つである金属疲労でも格子欠陥蓄積[10]および転位運動[11]が重要視され、通常の疲労き裂進展は、き裂先端からの転位射出または、き裂先端での転位組織形成により支配されている。これら単調引張や金属疲労における塑性が関与した損傷発達は、最近の重要課題である“水素”の侵入によってさらに局在化、促進されることが知られており(水素脆化問題)[12-14]、幅広い分野で局所変形と破壊をリンクさせることの重要性が認識されている。このような背景から、マクロな応力ひずみ応答を理解するためのみならず、き裂発生起点近傍での塑性緩和挙動や、き裂先端での転位射出、転位組織形成など降伏後に起こる破壊現象を理解するためにマイクロ変形解析が重要であるので、局所ひずみの発達およびその分布を実験的に解析することが希求されている。

これまで既に様々なマイクロひずみ解析法が開発、実用されている状況で、なお先進ひずみ解析法の開発が望まれている理由は変形、損傷発達、破壊現象の多様さにある。加工硬化や損傷発達ならびに破壊現象は金属材料のみに焦点を当てても多様である。例えば、延性破壊におけるき裂発生現象を捉えるときには、全面降伏(進展の場合は大きな塑性域の発達)状態で大塑性変形が起こるので、用いるひずみ解析法には大ひずみに適用可能で、かつ広い観察視野を有することが要求される(Fig. 1(a))。他方、チタン合金で問題となる Dwell 疲労(負荷保持時間依存型の疲労)[15, 16]を解析するためには、空間分解能に加えて微小なひずみ発達の経時変化を解析する必要がある(Fig. 1(b))。Fig. 1 に示す図中の軸の他にも、3次元解析やリアルタイム解析、マルチスケール解析、さらには既に破断した材料から解析することなどが要求されることもあり、単独のひずみ解析手法でその需要のすべてを満たすことは現実的ではない。つまり、様々に異なる破壊、損傷発達現象を解析するにあたって、その破壊現象の本質とともに現状開発されているひずみ解析法の特長をよく理解して選択、時には複合的に利用することが重要である。

本論文では、近年の変形、損傷発達、破壊に関わるマイクロ変形解析の需要を紹介するとともに、それら需要を満たす先

### (a): Ductile crack initiation



### (b): Dwell effect near a fatigue crack

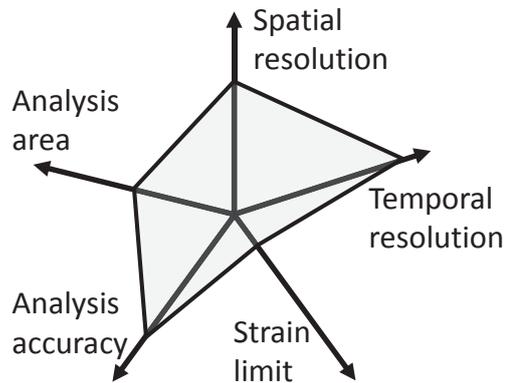


Fig. 1 Examples of demands of strain mapping: Cases of analyses for (a) ductile crack initiation and (b) dwell effect near a fatigue crack.

進変形解析法の概要と事例の一部をお示しする。

## 2. Spatially resolved strain mapping

マイクロ変形を解析するにあたって、解析の信頼性と空間分解能は常に要求される因子である。特に、組織境界における変位不適合を解消するためのひずみ集中や、高サイクル疲労における微小疲労き裂先端近傍のひずみ分布を得るためにはサブ $\mu\text{m}$ スケールの空間分解能が要求される。ひずみ分布解析では、旧来よりメッシュを描いてその格子模様の変化から測定する方法がとられてきた。この格子模様をサブ $\mu\text{m}$ スケールまで小さくし、その格子歪みを走査型電子顕微鏡(SEM)などで観察することで微視組織に対応するマイクロ変形を解析できる(マイクログリッドマーカー法)[17]。または、変形解析においては格子の交点位置が重要であるので、微細なドットを集束イオンビーム(FIB)などで等間隔に描画することでもマイクロ変形を解析可能である[18, 19]。マイクロ格子模様を描画するプロセスの一例を Fig. 2(a)-Fig. 2(e) に示す。電子線に感光するフォトレジストを鏡面研磨表面に塗布し、電子ビームで任意の格子模様を走査した後、現像液に試料を浸すと電子ビーム走査部が優先的に除去される(Fig. 2(a)-Fig. 2(d))。この表面上に金を蒸着させて、現像液でフォトレジストを完全に除去すると試料表面に直接蒸着された金の部分だけが残存するため、格子模様を得ることができる(Fig. 2(e), Fig. 2(f))。格子模様を得られれば、負荷に伴う

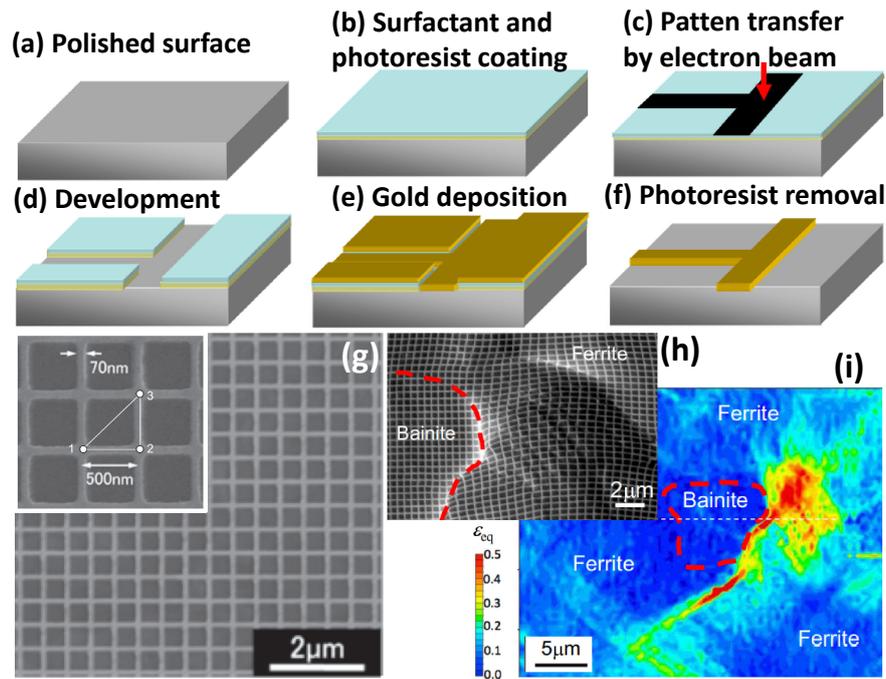


Fig. 2 (a)-(f) Schematics of the micro-grid patterning procedure. (g) An example of the micro-grid. (h) Micro-grid distortion in a deformed ferrite/bainite dual phase steel and (i) corresponding strain contour map [17]. Reproduced with permission from Acta Mater. 97 (2015) 257-268. Copyright 2015, Elsevier.

格子の変形を観察することで格子間隔に依存した空間分解能の変位およびひずみを得ることができる。平滑表面には200 nm程度まで格子間隔を小さくして描画できるが、格子交差点のエッジが丸くなるため、画像処理上で交差点を認識するためには格子間隔を500 nmとすると解析が容易である(例: Fig. 2(g))。実用上は、500 nm程度の空間分解能があれば、粒界や異相境界近傍のひずみ解析をするに十分である。実際の鉄鋼材料におけるベイナイト/フェライト相境界部周辺のひずみ分布を解析した事例を Fig. 2(h)および Fig. 2(i)に示す。相境界部で大きなひずみ集中が起こっていることが確認され、これが微小ポイド形成の原因となっている[20]。ここで観察されたベイナイト/フェライト相境界のみならず、マルテンサイト/ベイナイトなどの硬質二相組織でも同様のひずみ集中が観察されており、軟質・硬質二相組織の共通の問題点として認識されている[5, 21]。

類似の空間分解能を有し、かつ利便性が高いために現在最も頻繁に用いられている手法がデジタル画像相関(DIC)法である[22-25]。DIC法では、変形前後で取得したデジタル画像における各ピクセルの輝度値をもとに任意サイズの正方形領域(サブセット)を追跡することでサブセットの局所変位を測定し、ひずみの解析を行う(Fig. 3(a)および Fig. 3(b))。サブセットの追跡は相関係数に基づいて行う。DIC法では、画像の平均明度変化やオフセットなどに強い Zero-mean Normalized Cross-Correlation(サブセットの平均輝度値を引いた後に変形前後の正規化相互相関を計算する手法)を適用することが推奨されている[26]。DIC法の利点として、得られたひずみの解析精度の高さに加え、サブセットを数ピクセル間隔で設定することで、ひずみの分布状態を解析できる点が挙げられる。また、デジタル画像であればDIC解析は可能なため、CCDカメラ[27]、光学顕微鏡[28]、SEM[29, 30]など

のあらゆる観察手法に適用できるといった汎用性の高さも強みである。一方で、サブセットの追跡において、その内部に十分な輝度値のランダムパターンが必要とされる。空間分解能は解析サイズ、画像解像度にも当然依存するが、技術的にはランダムパターンの細かさと同様に試料変形への追従性がボトルネックとなる。多くの場合、スプレーなどによって表面にランダムパターンを塗布する方法[31]やエッチングにより試料表面に凹凸や微細組織を現出させる方法[32]、微粒子をランダムかつ均等に塗布する方法[33, 34]でランダムパターンを得る。例えば、鏡面研磨用の研磨剤を用いて試料表面に60 nm粒子径のシリカ粒子を塗布してDIC解析[33, 35]をすると、100 nm程度の空間分解能を有するひずみ分布が得られる(Fig. 3(c)中▲のYanらの成果)。シリカ粒子を用いた実際のひずみ解析結果を Fig. 3(d)および Fig. 3(e)に示す。FIBで導入した微小切欠き先端を変形前にSEMで観察した画像が Fig. 3(d)であり、白い粒状のコントラストがシリカ粒子である[36]。250 MPa負荷後のSEM像も撮影し、DIC法によりひずみ分布を解析した結果が Fig. 3(e)である。FIB切欠き先端で、サブμmスケール幅のすべり線に対応した変形が明瞭に観察されている。このように高い空間分解能を有するため、DIC法はマイクロ格子を利用した手法と同様に微視組織界面などの極局所の変形解析に利用されている[33]。高空間分解能DIC法を金属試料に適用する場合、鋭いすべり線に起因した不連続変位の検出に問題があったが、この問題もHeaviside関数を導入により解決することが報告されている[37]。またDIC法は上述の通り汎用性が高いため、他のひずみ解析手法との組み合わせが容易である。本論文では、この汎用性を利用した様々なDIC法の発展にも後ほど触れたい。

空間分解能に付随して、マイクロ現象とマクロ現象を連成させるためにマルチスケール解析がよく要求される。金属表面

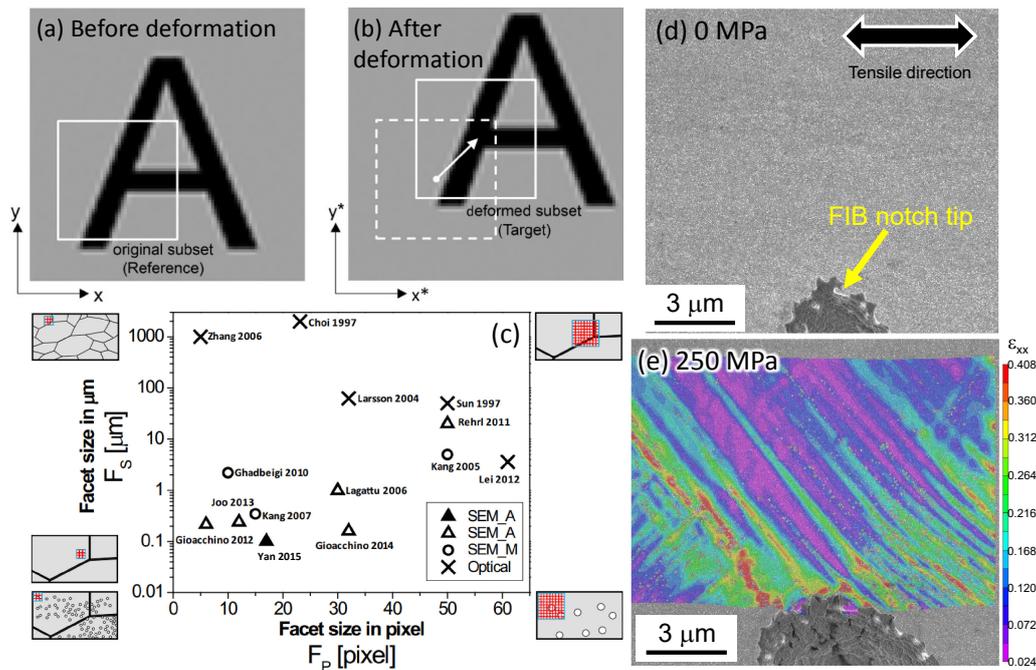


Fig. 3 (a), (b) Schematics of the image analyses for DIC [32]. (c) Spatial resolution of DIC analyses with different surface patterns plotted against digital resolution of micrographs [33]. (d), (e) An example of the DIC analysis with silica particles in SUS304-like austenitic steel [36]. Reproduced with permission from Tetsu-to-Hagané **100** (2014) 1238-1245. Copyright 2014, ISIJ, Acta Mater. **96** (2015) 399-409. Copyright 2015, Elsevier, and Int. J. Hydrog. Energy **42** (2017) 26423-26435. Copyright 2017, Elsevier.

の微視組織を用いる場合、その微視組織構造が階層性を有する場合はDIC法単独でマルチスケール解析ができる[32, 38]。この一方、人工パターンでマルチスケール解析をする場合はいずれの観察倍率でも解析可能な表面模様を検出される必要があるため、一工夫が必要である。もちろんパターンそのものに微視組織のような階層性をもたせることも一案であるが、複数の手法を併用して幅広いマルチスケール解析を可能とする取り組みも行われている。Fig. 4にマルチスケールひずみ分布解析の一例を示す。まずFIB切欠き近傍に格子模様を描画し(Fig. 4(a), Fig. 4(b))、かつ反射電子線(BSE)像では表面上に微細組織が観察される状態(Fig. 4(c))を作る[38, 39]。Fig. 4(d)の画像では倍率が低く微視組織や格子模様を明瞭に観察することができない。しかし、画像解像度を格子間隔より大きくするよう調整することで、規則的に並んだ格子模様と走査電子線が干渉してモアレ縞を形成させることができる。次節で改めて紹介するが、このモアレ縞を解析することで当該倍率のひずみ分布を得ることができる。倍率を上昇させていくと、Fig. 4(e)では主たるパターンを微視組織として格子模様が補助する形でDIC解析ではランダムパターンとして認識される。Fig. 4(f)の倍率では格子模様が主たるパターンとして観察される。格子模様はランダムパターンではないが、不定期に格子模様間に微視組織が現れるため、ランダムパターンとしてDIC解析では認識される。格子の交点から直接変位を測定してもよいが、格子模様と微視組織を複合させたランダムパターンを用いてDIC解析をすると格子模様間隔よりも微細なひずみ分布を得ることができる。このように異なる手法を複合的に用いることでマルチスケール解析を可能とする。

### 3. Full-field strain mapping

空間分解能と多くの場合トレードオフになってしまう要素が解析視野である。ひずみ分布は取得した画像の解析結果であるので、画像解像度が直接空間分解能に影響する。このため、より広い視野で観察した画像の解像度は長時間撮影などしない限りは低く、空間分解能と解析視野を両立させることは難しい。しかし、き裂の発生の前駆現象としてひずみ集中部を捉えたい場合、試料が平滑であるとどこで発生するのかが予測することが難しく、試料全域での観察、解析を高空間分解能であることが望まれる。試料全体積のひずみ解析が可能である手法としてComputed tomography(CT)を用いた手法があるが、これは6章の3次元ひずみ解析の項で紹介する。その他で、全視野ひずみ解析を実現する手法がいくつか存在するため本章ではそれらの一部を紹介する。

まずは、前章でも示したモアレ縞を用いたひずみ解析である。モアレ縞を用いる場合、空間分解能は試料表面に描画された規則模様に依存するが、観察を低倍率で行っても[40]高倍率で行っても[41]画像解像度を調整することで描画した格子間隔に対応するひずみ分布を得ることができる。通常、ある格子またはドットを用いてひずみ解析をする場合には模様の間隔よりも細かい画像解像度や走査間隔が要求されるために、観察視野の拡大のためには空間分解能が犠牲になる。一方、モアレ縞は模様間隔よりも画像解像度などが大きい場合に発現するので、モアレ縞を用いると広範囲かつ高空間分解能でひずみを解析できる。モアレ縞を用いたひずみ解析法は種々開発されているが、ここではサンプリングモアレ法を紹介する。例えば、紫外線硬化樹脂を用いたインプリント装置

にて試料表面全体に  $3\mu\text{m}$  間隔のドットを描画し、モアレ縞を現出させた状態で撮影をしたケースを紹介する (Fig. 5(a)–Fig. 5(c)) [42]. Fig. 5(d) にモアレ縞の解析手順の概略を示す。まず、Fig. 5(b) のような 2 次元の格子画像をローパスフィルタやフーリエ変換により X 方向と Y 方向の 2 つの 1 次元の格子画像に分解する (モアレ縞が形成するとき、規則模様は傾いていることを前提としているので、これら X と Y は画像の水平方向  $x$  および垂直方向  $y$  とは対応しない.)。分解した各格子画像の輝度分布データを間引き、位相シフト法によりモアレ縞の位相像を得る。例えば、Fig. 5(e) の 1 段目に示すような X 成分の格子画像から得られるモアレ縞を考え

る。実際にデジタル画像として得られる画像はピクセルごとに輝度をもつ 2 段目のものになる。これら輝度情報を等間隔 ( $N_x$ ) にダウンサンプリングし、輝度補間 (一般的には線形補間) でダウンサンプリングした画像点以外の輝度情報を埋める。サンプリング開始点をずらして同様の過程を経ることで複数の間引いた画像が得られるので、位相シフト法により精度高くモアレ縞の撮影画像の各画素に対応する位置 (位相)  $\phi$  を決定できる。得られた変形前後の X 成分、Y 成分に対応するモアレ縞の位相差  $\Delta\phi_x$ 、 $\Delta\phi_y$  は変位  $u_x$ 、 $u_y$  と以下の関係がある。

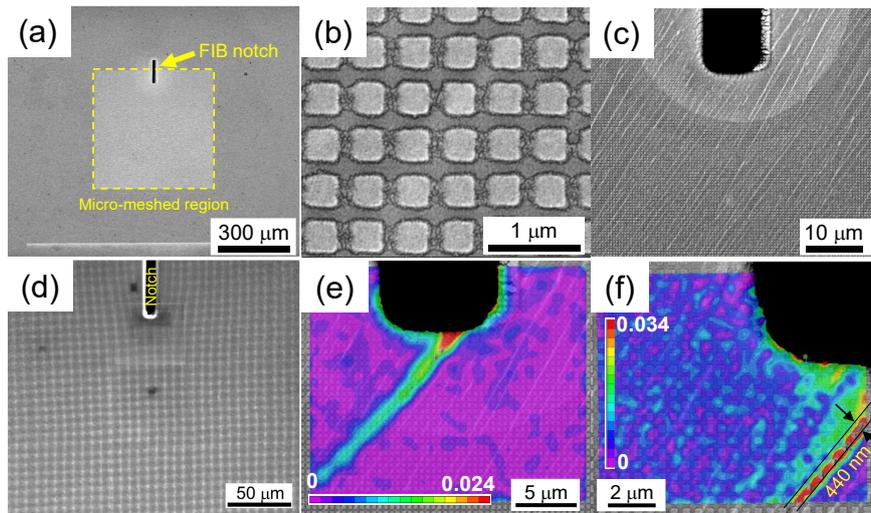


Fig. 4 Hierarchical pattern and associated strain mapping in a Ti-6Al-4V alloy [39]. (a) BSE image around a FIB-notch in a Ti-6Al-4V alloy. (b) Microlithography pattern with a 500-nm grid. (c) Magnified BSE image near the lower part of the FIB-notch. (d) Moiré pattern obtained at 512 MPa. (e), (f) von Mises strain distributions at 512 MPa with different magnifications. Reproduced with permission from Exp. Mech. **58** (2018) 381–386. Copyright 2017, Society for Experimental Mechanics.

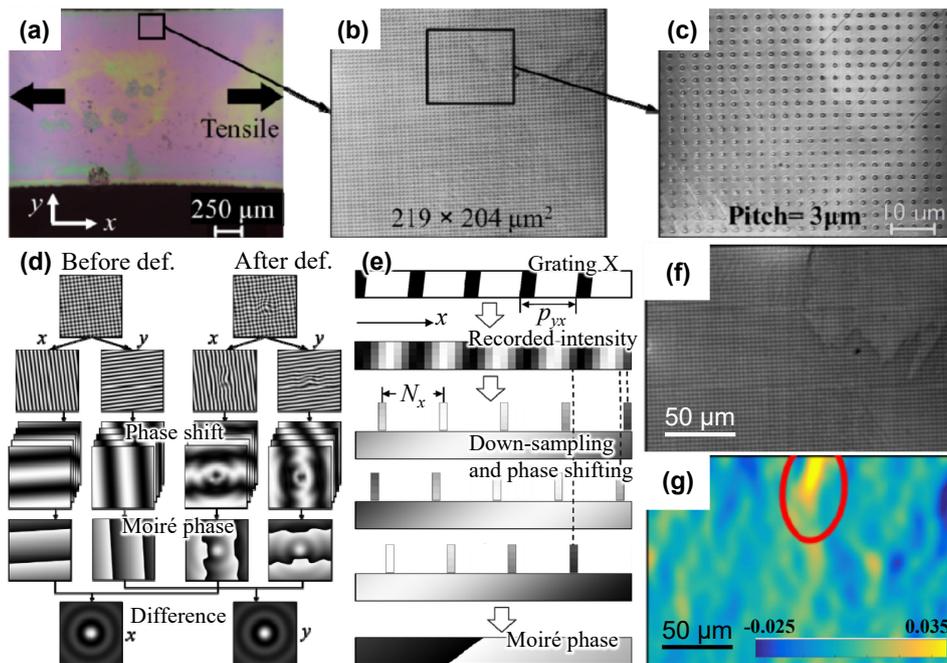


Fig. 5 An example of a specimen surface with a micro-grid in a Ti-6Al-4V alloy: (a) overview image of the specimen, (b) moiré fringes, and (c) produced dot pattern with a pitch of  $3\mu\text{m}$  [42]. (d) A flow chart of the moiré fringe analysis for strain measurements [42]. (e) Procedure for obtaining moiré phase [42]. (f) recorded grid image. (g) strain distribution in  $x$ -direction [42]. Reproduced with open access publishing agreement in Opt. Express **25** (2017) 13465–13480. Copyright 2017, Optical Society of America.

$$\begin{pmatrix} \Delta\phi_X \\ \Delta\phi_Y \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1/p_{Xx} & 1/p_{Xy} \\ 1/p_{Yx} & 1/p_{Yy} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} u_x \\ u_y \end{pmatrix} \quad (2)$$

ここで、 $p_{Xx}$ ,  $p_{Xy}$ ,  $p_{Yx}$ ,  $p_{Yy}$  はそれぞれ変形前の X 成分と Y 成分のモアレ縞に対応する規則模様の水平方向および垂直方向の模様間隔である。最終的に変位を空間微分することでひずみ分布が得られる。画像解像度を高める必要性がないため、広範囲かつ高時間分解能でのひずみ分布解析が可能となる。ところで、モアレ縞の位相を利用する原理上、 $-\pi$  から  $\pi$  の範囲を超える位相差を与える変位を測定するには、周期条件を解放する必要がある。つまりは、隣接する画素との比較で  $\pm 2\pi$  を超える正または負の位相変化がある場合、 $2\pi$  を増減させる処理が必要である。これを位相接続(Phase unwrapping)と呼ぶ[43]。Phase unwrapping をする際に、き裂などの欠陥が存在すると測定精度に有意な影響を与えることが問題となっていたが、この点も現在は Local phase unwrapping をすることで解決しているので、是非文献[44]を参照されたい。このように、モアレ縞を用いた手法は、高空間分解能と高時間分解能を兼ね備えた実用的なひずみ解析法として確立されている。高時間分解能を生かして、ひずみ分布動画の取得に成功した例もあるので次章で述べる。

ここでもう 1 つ、試料表面全体を観察視野とすることができる高空間分解能ひずみ解析法を紹介する。表面に微細組織が現出した状態で顕微鏡像を撮影すると、微視組織をランダムパターンとして DIC 解析ができることは前述した。エッチング試料表面形状を転写したレプリカを変形の各段階で採取し、レプリカ上の転写模様に対して DIC 解析を行うことで試料全域での高分解能ひずみ分布解析ができる[7, 45]。プラスチックレプリカシートを使用する際は、軟化剤への浸漬時間でシートの伸縮度が異なるので Fig. 6(a) の関係を事前に取得し、補正する必要があることには留意されたい。また、一段レプリカ法を用いた場合は、得られたレプリカ画像を反転させる必要がある[46]。レプリカ像を用いた実際の結果を

Fig. 6(a)-Fig. 6(d) に示す。試料表面の観察像とレプリカ像から得たひずみマップを比較すると、ひずみ分布、ひずみ量の観点ではほぼ等価な DIC によるひずみ分布が得られることが示されている。この手法の重要な長所は変形の複数段階で試料表面全域のレプリカを採取することで“試料のどこかで起こるき裂発生”の後に時間を遡って同一箇所のき裂が発生する前までの局所ひずみ発達を高空間分解能で解析できることにある(Fig. 6(e))。つまり、微視的き裂発生の前駆現象を捉えるための手法として優れている。類似の手法は旧来、疲労損傷発達の一連の過程であるすべり線、き裂発生、き裂進展を追うために取られてきた手法である。レプリカ像に対して DIC 解析が有効である事実は、今後のマイクロ変形の視点からの破壊の理解に大きな寄与をすると考える。また、レプリカは曲面でも採取できるため、幾何学的な補正は必要であるものの、丸棒試験片やくびれ部でも適用できることは大きな利点である。例えば古賀らは、レプリカ像を用いた DIC 法により、丸棒試験片における疲労き裂発生部のき裂形成前からの連続的なマイクロひずみ分布の変化(Fig. 6(e)) [47] や引張試験片のくびれ部のマイクロひずみ分布解析[48]に成功している。延性金属材料における微視的損傷の多くは、試料くびれ後に応力三軸度が高まることで発生するので、曲面でもマイクロ変形解析ができることは塑性変形と破壊の関連を解析する上で革新的な長所であるといえる。

試料全域を捉えるという観点では、試料全域を変形の各段階ですべて観察してしまえばよい、という考え方もある。しかし、この観察を実現させるためには、観察過程の自動化が不可欠である。実際に、複数疲労負荷段階における試料全域観察を Fig. 7(a) に示す装置構成で実現した例を紹介する。まず試験前にエッチングした疲労試験片表面を光学顕微鏡にて観察する。この際、微視的ひずみの観察には高倍率画像が必要であるため、高倍率画像を全視野に渡って撮影して繋ぎ合わせる必要がある。このため可動顕微鏡レンズの動きを全視

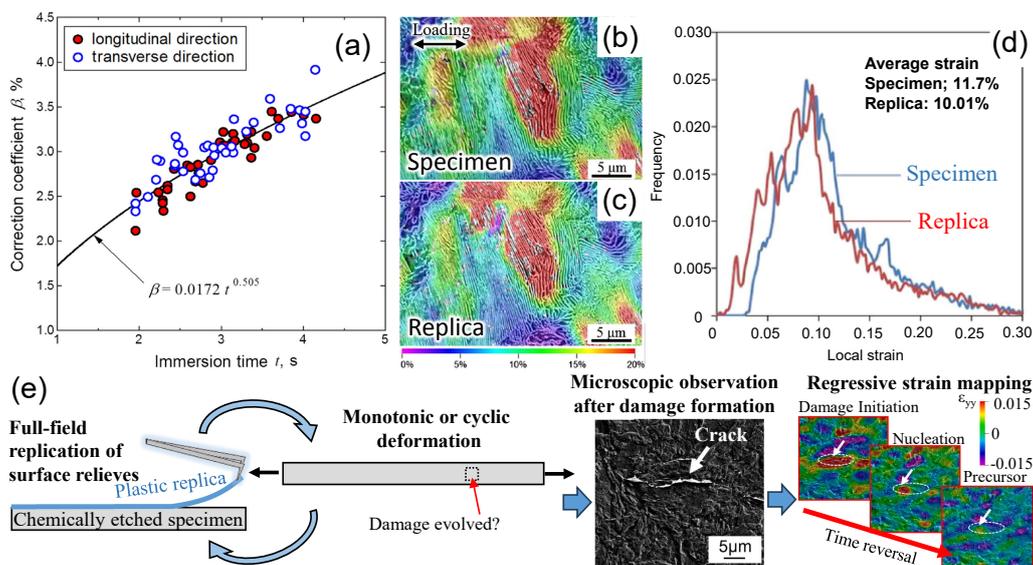


Fig. 6 DIC analysis on a plastic replica with a pearlitic steel. (a) Shrinkage rate  $\beta$  that depends on immersion time of replica films into a softener solution. (b), (c) Strain contour maps obtained from images of specimen surface and replica [46]. (d) Strain distribution profiles of (b) and (c). (e) A process of the replica-based regressive strain analysis [47]. Reproduced with permission from Mater. Charact. **98** (2014) 140-146. Copyright 2014, Elsevier, and Mater. Charact. **185** (2022) 111731. Copyright 2022, Elsevier.

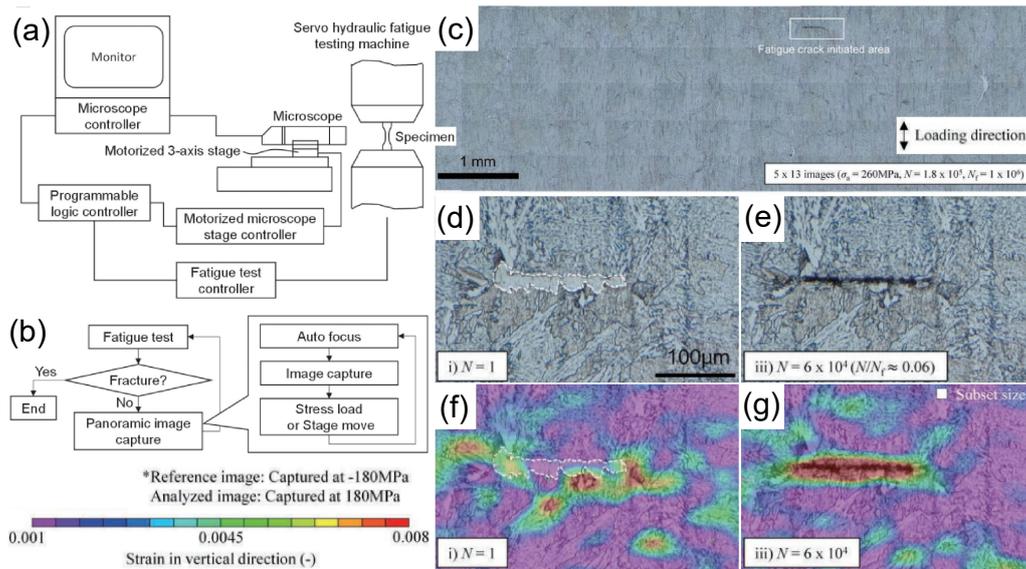


Fig. 7 (a) A setup of the automated cycles of fatigue loading and surface observations. (b) A flow chart for the observation process: case of fatigue testing. (c) An actual overview image including a fatigue crack in a bainitic steel with intergranular ferrite. (d)-(g) Optical micrographs and corresponding strain maps before and after the crack initiation [28]. Reproduced with permission from ISIJ Int. **105** (2019) 105-111. Copyright 2019, ISIJ.

野観察および画像連結可能なようにプログラムして制御する。このとき、顕微鏡レンズは横向きに配置されており、一般的な油圧サーボ試験機に汎用的に適用できるという長所に言及したい。この装置構成を用いて、Fig. 7(b)に示すように破断まで焦点合わせ、撮影、ステージ移動、画像接続のサイクルを一定負荷周期で自動化して繰り返し、き裂発生部位のひずみ解析をDIC法で行う。実際の連結画像をFig. 7(c)に示す。画像中央上部でき裂が発生しており、この箇所注目して負荷直後およびき裂発生直後のひずみを解析した結果がFig. 7(d)-Fig. 7(g)である。き裂発生箇所では、き裂開口変位の影響を含んだひずみ分布が得られている。本手法では、もちろんひずみ分布が得られていることそのものも重要であるが、“微小疲労き裂”のき裂開口変位の影響を含んだ局所ひずみ情報が得られている点が重要である。微小き裂では長いき裂の場合のようにクリップゲージなどを用いてき裂開口変位を求めることができない。しかし、き裂進展の真の駆動力である有効応力拡大係数を得るためにはき裂開口荷重の情報が必要である。この自動化プロセスを一定荷重周期ではなく、疲労負荷1サイクル中にて等荷重間隔で撮影するように応用すると、各き裂長さにおけるき裂開口荷重を測定できる[28]。この微小き裂開口荷重の測定は、微小き裂進展寿命のシミュレーション用のデータ取得にも応用されており、その有用性が示されている[49]。さらに、“直接観る”ということの長所として、試験環境に強いことが挙げられる。水素などのガス環境や極低温および高温ではひずみゲージや伸び計を使用することにハードルがある上、レプリカ法を適用するためには、一度、試験片環境を室温および大気に戻す必要がある。このため、微小き裂の発生および進展に関わるマイクロ変形とき裂開口変位を室温、大気環境以外で測定することに大きな困難を伴っていた。本手法はのぞき窓があれば適用可能であるので、環境にロバストな全視野マイクロ変形の解析技術である。実際に、500°Cでの疲労試験への適用に成功してい

る[50]。つまり、本手法は水素環境や極低温・高温条件などの極限環境における微小疲労き裂解析のブレイクスルーになる技術である。

#### 4. Temporally resolved strain mapping

空間分解能と観察範囲に加えて、近年重要視される要素が時間分解能である。緒言でも言及したように、水素脆化やDwell疲労は時間依存型の破壊現象であり、局所ひずみの経時変化解析が要求されている。時間分解能の観点では、SEMを用いる以上は一般的に走査時間の問題が大きく、高い時間分解能を得るためには一工夫が必要である。その1つとして、深層学習による画像ノイズ低減法[51]を利用した高速スキャンSEM像のDIC解析が報告されている。例えば、変形中に0.3 fpsで撮像した複数のSEM像から深層学習により画像ノイズを低減した後にDIC解析をすることで、高時間分解能を有するひずみマッピングが実現されている[52]。また、画像取得速度の観点では光学顕微鏡法に勝る微視的観察手法はない。もちろん空間分解能はSEMを基にした解析結果より劣るが、光学顕微鏡像であっても有効なひずみ分布をDIC法で簡便に得ることができる。Dwell疲労におけるき裂先端近傍のひずみ発達をFig. 8に示す[53, 54]。時間経過とともにき裂先端ひずみが大きくなっている様子が観察されている(Fig. 8(a)-Fig. 8(d))。異なる応力拡大係数で同様の実験を行った結果、負荷保持中のひずみ発達に関する負荷レベル依存性が明瞭に測定されている(Fig. 8(e))。しかし、解析はステップサイズを0.9  $\mu\text{m}$ に設定したため見かけ上は高分解能であるように見えるが、サブセットサイズは50  $\times$  50  $\mu\text{m}^2$ であるためデータが平均化されており、傾向を把握するための半定量データとしては有益であるものの、さらに定量性を向上するためには空間分解能を改善する必要がある。

同様にDwell疲労を対象とし、モアレ縞を用いて1秒ス

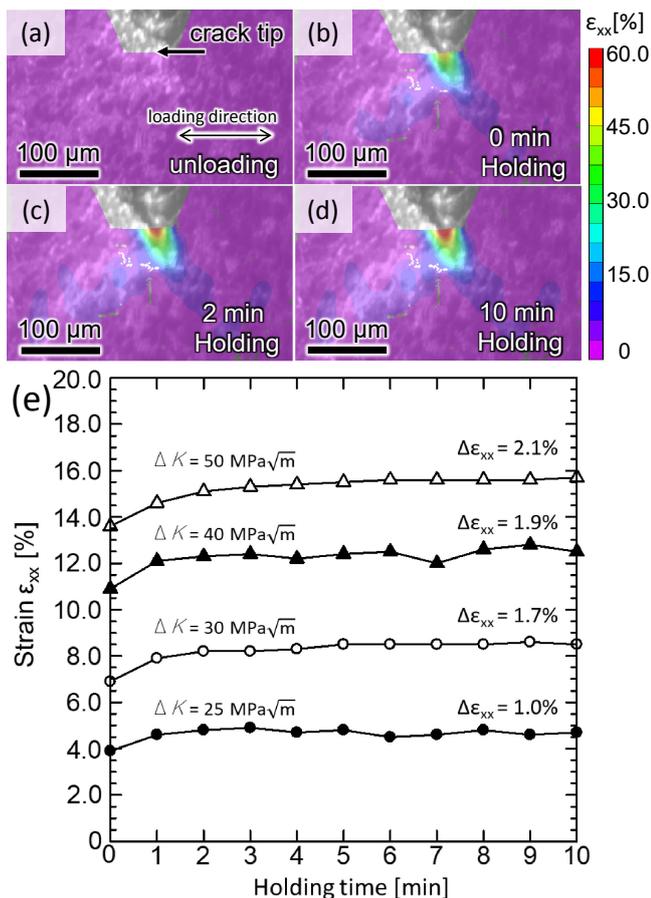


Fig. 8 An example of optical DIC results obtained in a Ti-6Al-4V alloy under displacement holding after loading to 50 MPa $m^{1/2}$ : (a) unloaded condition, (b) immediately after loading, (c) after holding for 2 min, and (d) after holding for 10 min [53, 54]. (e) A summary of strain evolution during displacement holding after loading to various stress intensity factors. Reproduced with permission from Mater. Trans. **63** (2022) 1232-1241. Copyright 2022, JIM.

ケールの時間分解能と高空間分解能を両立したひずみ分布解析の例がある。1 $\mu m$  間隔の格子模様を電子線リソグラフィで描画した試料を SEM の高速走査モードで観察することで得られたモアレ縞を伴う画像から、1 s の時間分解能を有するひずみ分布動画を作成した結果を Fig. 9 に示す[55]。サンプリングモアレ法を SEM 動画に適用する場合には、まず時間のサンプリングを行う。具体的には、電子線の走査が画像下端まで完了したときをモアレ縞解析対象とし、常に電子線走査位置が画像下端にある画像を解析した (Fig. 9(a) および Fig. 9(b))。これより後の処理は静止画におけるサンプリングモアレ法と同様である (Fig. 9(c)-Fig. 9(f))。光学顕微鏡像における DIC 解析と同様に、負荷直後にひずみ発達が検出され、ひずみ分布が時間とともに変化している様子が観察されている (Fig. 9(h)- Fig. 9(j))。Fig. 9(k) に示す除荷後のひずみ分布が塑性ひずみに対応するが、それら塑性ひずみの最大値はき裂先端にあり、その他の有意な値の多くは粒界近傍で検出されている。Fig. 9(l) に示すように画像全体の平均ひずみを時間に対してプロットすると大きな変化がないように見えるが、き裂先端で観察された最大ひずみは時間に対して徐々に増大していることがわかる。つまり、Dwell 疲労のき裂進展を支配するき裂先端での塑性ひずみ発達を対象に、その経時

変化を定量的に捉えるためには時間分解能と空間分解能の両立が必要であり、サンプリングモアレ法はこれを実現する手法である。

時間分解能は、時間依存型現象の解析を目的とした場合だけでなく、事故回避のためにき裂発生またはその前駆現象に関わるひずみ発達を“リアルタイム”で検知する用途でも要求される。画像解析などの後処理を必要とせずひずみのリアルタイム検出を実現する手法として、微小粒子を均等分散させることで構造色を獲得したシートの利用が注目されている [56, 57]。例えば Fig. 10(a) に示すように、ポリスチレン粒子を面心立方構造状かつ {111} 面がシート上面と平行になるようポリエチレンテレフタレート基板の上に積層させたシートを作製する。このシートは平面上のひずみが発達すると厚さ方向に縮むために粒子の {111} 面間隔が狭くなる。このため、変形とともにブラッグ条件を満たして反射できる可視光の波長が変化するので、ひずみを色の変化としてとらえることができる (Opal photonic crystal film : OPCF と呼ばれる。) [58, 59]。より具体的には、ブラッグ条件を満たすピーク波長  $\lambda$  と  $\epsilon_{xx}$  および  $\epsilon_{yy}$  は以下の関係にある [60]。

$$\lambda = 2d \left( 1 - \frac{\nu}{1-\nu} (\epsilon_{xx} + \epsilon_{yy}) \right) \sqrt{n_{eff}^2 - \sin^2 \theta} \quad (3)$$

ここで、 $d$  は粒子の {111} 面間隔、 $\nu$  は膜のポアソン比、 $n_{eff}$  は平均屈折率、 $\theta$  は光の入射角である。OPCF の厚さ方向粒子間隔が検出波長の変化に対応するため測定されるひずみは本質的には  $\epsilon_{zz}$  であり、式 (3) 以上細かくひずみ成分を分解して測定することは現状困難であるが、シートサイズも 100 cm<sup>2</sup> 以上のものを作製可能であるため [61, 62]、これを対象試料表面に張り付けることで広範囲リアルタイムひずみ観察をすることができる。Fig. 10(b) に示すように幅の勾配がある試験片に OPCF を貼り付け引張試験を行うと Fig. 10(c) に示す色勾配が観察される [63, 64]。切欠きなどの応力集中源が存在すると色変化はより明瞭であり、ある程度サイズが大きいき裂が発生した場合の検出に利用可能であると考えられる。Fig. 10(d) のように色調を表す Hue 値や RGB 値などを用いて定量解析をすることも可能である。また、炭素鋼のリューダース帯など金属分野ではメゾスコピックスケールな現象への適用は可能であることも確認されている [65, 66]。現状、金属試料の変形への追従性や局所的な試料からのシート剥離が原因で、金属試料で観察される  $\mu m$  スケールの不均一ひずみの検出には至っていないが、OPCF の利用は広範囲でのリアルタイム局所ひずみ解析を実現可能な貴重な手法の 1 つである。

## 5. Small and large strain mapping

空間分解能、解析範囲ならびに時間分解能の次には、解析限界ひずみの下限値および上限値に注目する。弾性ひずみを含め、微小変形を捉えるためにはひずみ下限値の把握が重要である。弾性ひずみを主としたマイクロ微小ひずみを捉えるにあたっては透過型電子顕微鏡を用いた手法 [67] が空間分解能およびひずみ下限値の観点から有効であるが、本論文ではその後の大変形および破壊に直接的な関係がある変形を対象と

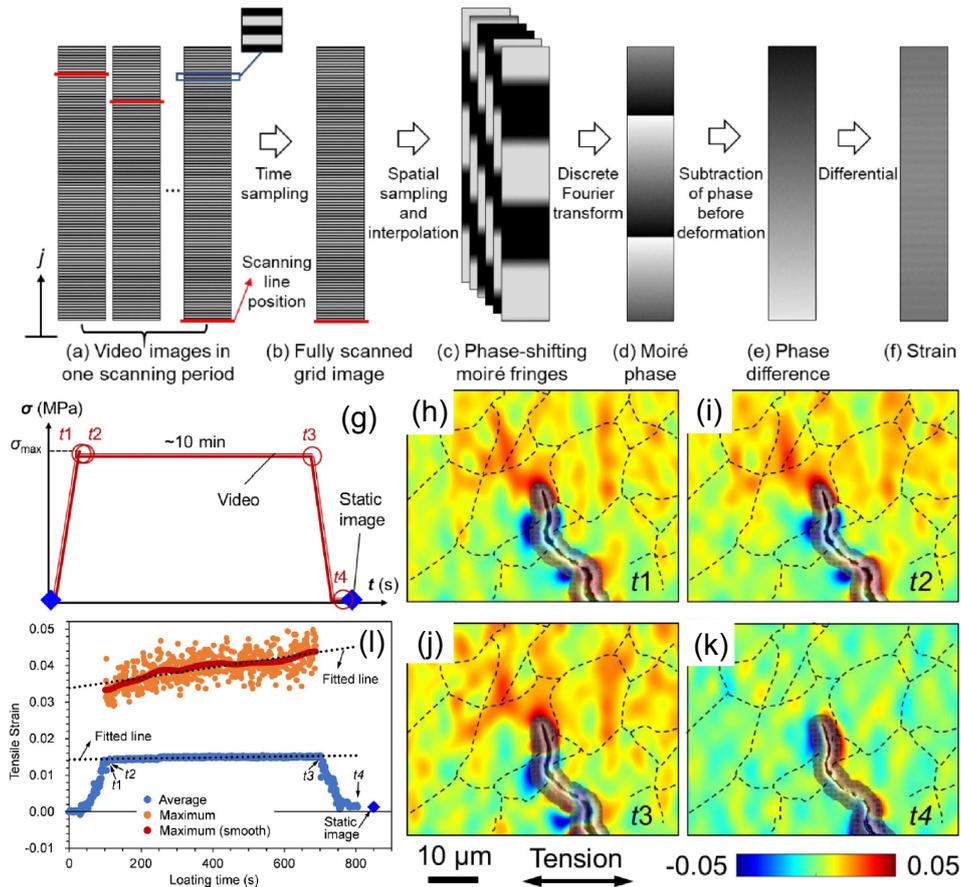


Fig. 9 (a)-(f) A schematic for the video sampling moiré method [55]. (g) An example of a loading history involving the displacement holding process in a Ti-6Al-4V alloy that contains a fatigue crack. (h)-(k) Strain contour maps obtained at the respective times indicated in (g). The broken lines indicate grain boundaries. (l) Maximum and average strain evolutions during the displacement holding. Reproduced with permission from Mechanics of Materials 133 (2019) 63-70. Copyright 2019, Elsevier.

するため、SEM 像などのバルク試料を対象とした手法に限定して紹介する。OPCF を用いたひずみ測定については、分光器による可視光反射ピークシフト量の測定精度とひずみ精度が対応しており、 $3.5 \times 10^{-4}$  のひずみを検出できると報告されている[68]。一方、OPCF を貼り付けた試料のひずみを実用的に定量評価するという観点では 1% オーダーのひずみ測定が対象となる[60, 68]。マイクログリッドマーカ法や DIC 法などの画像ベースの解析手法のひずみ下限値は、パターンの細かさで決定される理論的な解析限界よりも像の SEM 観察時のノイズやドリフトの程度に依存した像質に支配されていることが多い。このため、マイクログリッドマーカ法や DIC 法においては、多くの測定条件で 1% 未満のひずみ測定に対して精度が担保されないとされる[31] (DIC 法において、画像補正により 0.1% 未満のひずみも解析可能とする報告があるものの、これを実現するためには長い撮像時間を要する[69])。例えばマイクログリッドマーカ法では、メッシュ間隔 500 nm、倍率 4000 倍、解像度  $2560 \times 1960$ 、カメラ長 5 mm とした場合、画像の 1 ピクセルの大きさが 12.5 nm となり、ドリフトや取差などにより 1 ピクセルずれると単純引張で 2% から 3% の誤差が発生することを避けられない。サンプリングモアレ法では、カメラのランダムノイズを数% 程度に入れたシミュレーションの結果として十分な領域面積の平均ひずみとしては 0.01% オーダーのひずみを識

別可能[70]とされているが、局所ひずみについてはマイクログリッドマーカ法などと同様の問題があり SEM 測定などの位置の誤差が相対的に大きい顕微鏡像を用いるときは 1% 未満のひずみレベルで高い精度を得ることは難しいと考える。まとめると、ここで紹介したいずれの手法でもひずみ下限値は理想的には 0.01% のオーダーとされるものの、画像解像度、対象領域面積、ノイズのフィルタリングならびに画像補正に依存する。微小領域を対象にする場合(特に SEM 像を利用する場合)、いずれの手法でも実用的には 1% 程度が解析ひずみ下限値であるといえる。

一方、ひずみ上限値の観点では、変形量が大きくなるとすべり線形成による局所的なコントラスト変化や解析対象パターンの過剰な変化が起こるため、DIC 法などの画像解析を経由する手法は高精度ひずみ解析への適用が困難になる。しかし、延性破壊加工限界などへの理解を深化させるためには、一般的な引張試験で見られるひずみ領域を超えて相当ひずみ 1 を超える変形にも適用可能なひずみ解析法が要求される。前述のモアレ縞を用いた方法も比較的大変形に耐える手法であるが、ここでは特に冒頭に紹介したマイクロ格子模様やマイクロドットを描画する手法に注目したい。本手法では各点(格子点)さえ追えていけば点の移動から直接的に変位を求められるため、大変形に対しても問題なく高精度なひずみ解析を行うことができる。Fig. 11 は冷間圧延材の局所ひずみ

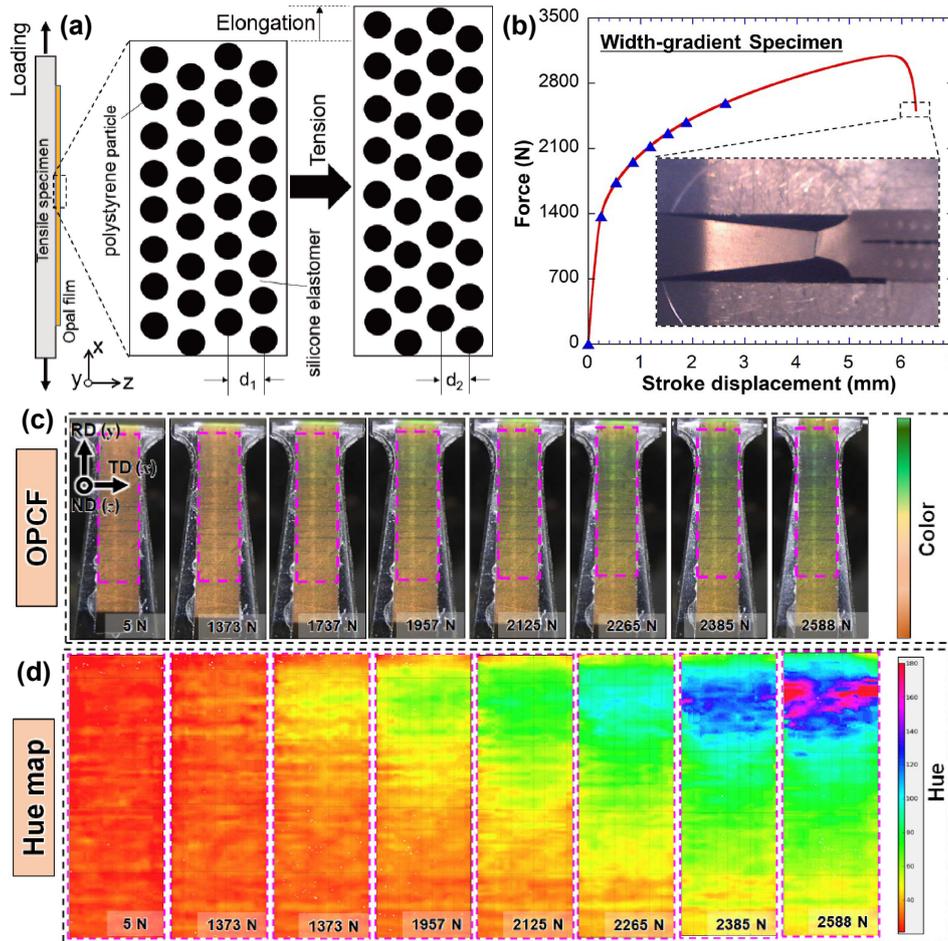


Fig. 10 Real-time strain mapping using an OPCF. (a) A schematic for strain-induced structure changes associated with color change of the opal photonic crystal film [65, 66]. (b) Engineering stress–displacement curve of a width-gradient SUS304 specimen. (c) Optical images of the OPCF under various loads and (d) corresponding color maps [63, 64]. Reproduced with permission from ISIJ Int. **60** (2020) 2604–2608. Copyright 2022, ISIJ, and ISIJ Int. **62** (2022) 2061–2068. Copyright 2022, ISIJ.

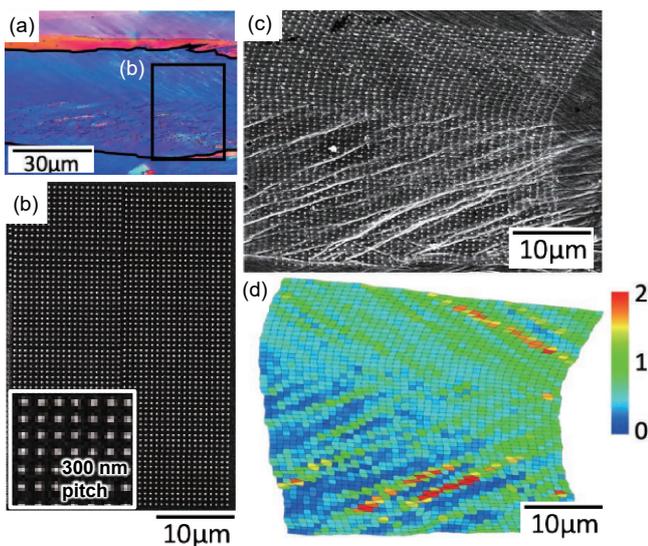


Fig. 11 Micro-dot-based strain mapping: an example of cold rolling in a ultra-low carbon steel [19]. (a) Inverse pole figure map of a side of the 60% cold-rolled specimen. Micro-dots with a pitch of 300 nm (a) before and (b) after 70% cold rolling. (c) Strain contour map measured from (c). (d) Strain contour map measured from (c). Reproduced with permission from ISIJ Int. **62** (2022) 2069–2073. Copyright 2022, ISIJ.

発達をマイクロドットを描画することで解析した結果である。60% 圧延後、FIB を用いて試験片側部上の特定粒に 300 nm 径の炭素ドットを 700 nm 間隔で描画し (Fig. 11(a), Fig. 11(b)), その後に 70% まで追加圧延を施した。圧延後、炭素ドットの並びは著しく歪んでおり (Fig. 11(c)), 各点の変位から算出されたひずみは最大で相当ひずみ 2 に及んでいる。塑性加工限界や延性破壊におけるき裂先端近傍ひずみを解析するためには、このように相当ひずみが 1 を大きく超えることは珍しくなく、マイクロドットなどを用いた変形量にロバストなひずみ解析法が必要とされる。本手法の応用により、応力特異点である鋭いき裂先端が開口、鈍化する過程における微視的塑性変形と微視的損傷形成ならびに関連する延性き裂進展が連続的に可視化されることを期待する。

### 6. Three-dimensional strain mapping

前章まで、空間分解能、時間分解能などに着目した近年の構築技術について紹介したが、それらは表面での 2 次元解析手法である。しかし、損傷の発達を考える上では試料内部の変形を含めた 3 次元解析をすることが重要視される。より具体的には、平滑な試料表面は一般には平面応力状態である。

この一方、くびれが起こった場合やき裂先端などでは応力三軸度が発達する試料内部での平面ひずみ場で優先的に損傷が形成、成長するため、試料内部の変形解析が要求されることが多い。例えば、CT法を用いた3次元情報から実験的に3次元ひずみ分布を得る方法がある。具体的には、試料内部の介在物や粒界などをマーカーとして変形の各段階でマイクロCT像を撮像し(Fig. 12(a)), 局所ひずみ解析が行われている(Fig. 12(b)) [71-75]。異なる変形段階における各微細マーカーの特定はマッチングパラメータ法を用いて行われている。このマッチングパラメータ法では、各マーカーの体積、表面積、直径、重心位置に基づき、変形の各段階で同一のマーカーを追跡することが可能である。同一マーカー位置の変化から局所変位ならびに局所ひずみを得ることができる。空間分解能はマーカーの分布に依存するが、き裂発生など、対象とする現象の規模よりも微細にマーカーが分散している場合は、CTで観察された破壊プロセスと直接的に相関させ

た局所ひずみを解析できる。前章で触れた解析限界ひずみの下限値については、CT法ではマーカーの分散距離の増大に伴って小さくなる。実用アルミニウム合金展伸材を例に挙げると、一般にマーカーとする第二相粒子の分散距離は10-20 $\mu\text{m}$ 程度であり、このような合金では1%程度のひずみがあれば有意に計測可能である[76]。X線光源に放射光を用いたCT法(マイクロCT)では、試料全体積のボイドなどの損傷を1 $\mu\text{m}$ 程度の空間分解能で定量解析できる[77]だけでなく、結晶方位や第二相分布も得ることができる。さらに、近年にSPring-8 BL20XUで開発されたナノCTでは150nm程度の空間分解能を得ることができる。マイクロCTとナノCTを相補利用することで、1つの試料で、試料全体の撮像(ボイド体積率の解析やき裂進展の3D計測)と特定領域の拡大撮像(ボイドやき裂の発生サイトの特定)が可能である[78]。このように、破壊に関わる情報と3次元ひずみ分布を直接的に相関させられるCT法は、ひずみ解析の空間分解能および時間分解

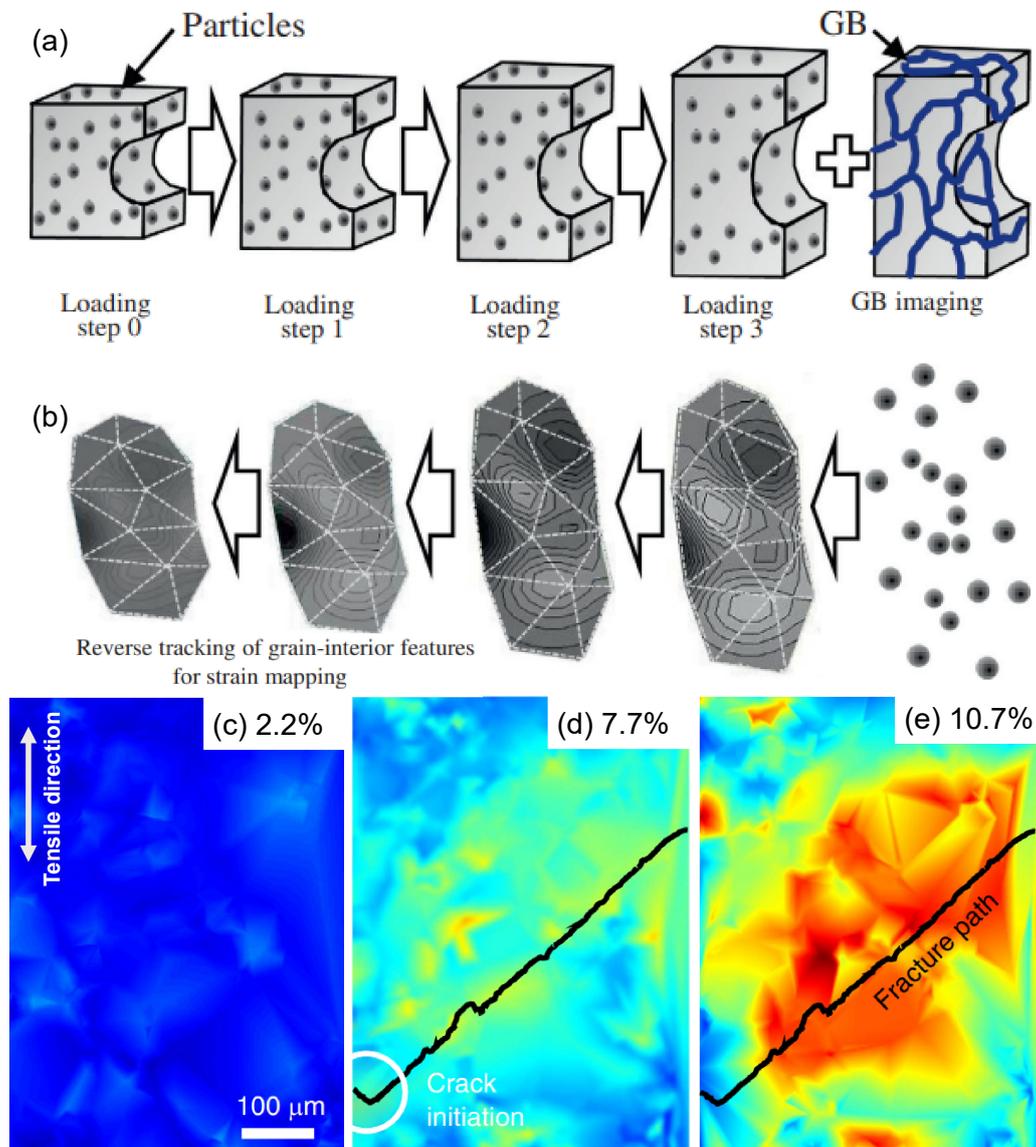


Fig. 12 Schematics for (a) CT imaging and (b) reverse tracking for three-dimensional strain mapping using internal markers such as particles and defects [72]. GB: Grain boundary. Examples of strain mapping results in an hydrogen-charged Al alloy at macroscopic tensile strains of (c) 2.2%, (d) 7.7%, and (e) 10.7% [75]. Reproduced with permission from Acta Mater. 61 (2013) 5535-5548. Copyright 2013, Elsevier, and Corrosion 79 (2023) 818-830. Copyright 2023, AMPP.

能以外の観点では、最も優れた手法の1つである。介在物をマーカーとして3次元ひずみ解析をした例を Fig. 12(c)–Fig. 12(e)に示す。CT実験を破断まで行った後に、破断経路およびき裂発生点を遡って特定し、その領域のひずみ解析をした結果破断経路でのひずみ集中が明瞭に起こっていることが示されている。もう一步踏み込んで紹介すると、この例では水素脆化破断を対象としている点が重要である。水素影響下では、応力三軸度の効果(静水圧応力およびその勾配)が水素拡散挙動と局所水素量に影響するため、内部での変形や破壊が特に起こりやすい。水素脆化の破壊プロセスを観察し、直接理解するためには変形解析を含むCT法による実験が鍵になると考えられ、特にマイクロ/名のCTによるひずみ-組織-損傷連成解析が水素助長き裂進展の損傷を明らかにすると期待される。

3次元ひずみ解析法としては他に、CT像をDIC法に類似のアルゴリズムで解析することでひずみ分布を得る手法があり、これをDigital Volume correlation(DVC) [79–82]と呼ぶ。DVC法により、CT像をベースに(Fig. 13(a)), サブセットとして設定したボクセルサイズに対応する変位およびひずみの分布を Fig. 13(b)および Fig. 13(c)のように求めることができる。この手法は現状では空間分解能が課題となっている。高エネルギー放射光CT実験でサブ $\mu\text{m}$ スケールの空間分解能を有するCT像を得ることができるが、DVC解析に供するためにはそれらCT像の複数ピクセルの集合体としてサブセットを設定する必要がある。サブセットを低減させれば空間分解能は高くなるが、現実的には変位の測定精度が著しく劣化するため、正しいひずみ分布を与えるDVC解析の空間分解能

はサブ $\mu\text{m}$ に及ばない。空間分解能の問題を解決する方法の1つとして、有限要素法を用いる手法が提案されている。Fig. 13(b), Fig. 13(c)のような十分に粗いボクセルを用いたDVCで得た変位、ひずみ分布を基に、有限要素法で変形の適合条件を満たすようにボクセル内変位、ひずみ分布を計算する[83]ことで、微視組織スケールの3次元変位およびひずみ分布を得ることができる(Fig. 13(d), Fig. 13(e)) [84]。一度微視組織に対応するひずみ分布が得られれば、CTのデータから特定微視組織や結晶方位を抽出してひずみ分布を示すことができる(Fig. 13(f))。今後はDVC法の改善に向けて、CT像の更なる高分解能化および新たなマーカー導入法や解析手法の開発によるサブセットサイズ低減が待たれる。

## 7. Post-mortem strain mapping

前章までに紹介した手法は、初期状態がわかることを前提としたひずみ解析である。しかし、破壊の解析のためには、変形後ないしは破壊後のサンプルにおいて局所変形量の見積もりが要求される場合が多々ある。ひずみの本質として本来初期状態が不明なときはその値を得ることはできないが、金属材料の場合の塑性変形は転位運動に起因するので、材料中の転位分布を把握することで半定量的な局所変形量を見積もることができる。透過型電子顕微鏡で転位密度およびその分布を見積もることが直接的であるが、変形場において幾何学的に必要とされる転位(GN転位)は弾性ひずみ場を有しているので、これに由来する結晶方位勾配を解析することで簡易的に局所変形を解析できる[85]。より具体的には電子後方散

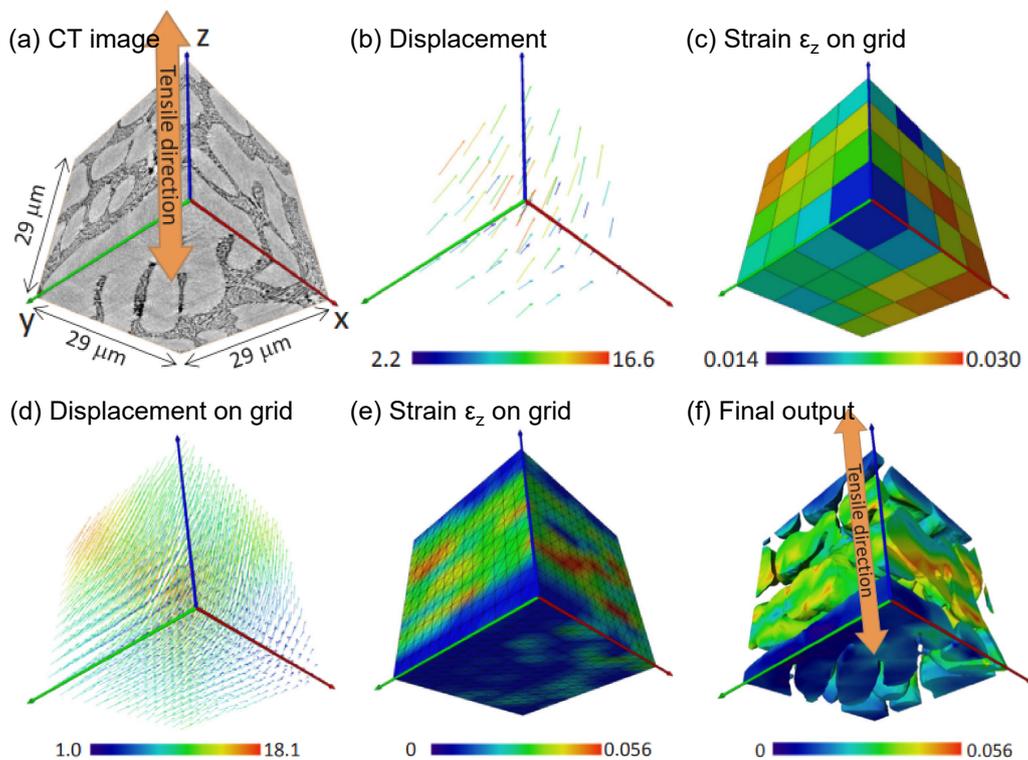


Fig. 13 A procedure of DVC analysis: an example of Al-7 mass% Mg<sub>2</sub>Si cast alloy. (a) CT image before deformation. (b) Displacement and (c) strain analyses. (d) Displacement and (e) strain maps obtained by finite-element-based analyses coupled with the data of (b) and (c). The actual example of three-dimensional tensile strain map on  $\alpha$ -Al phase (eutectic phase was removed.) [84]. Reproduced with permission from Curr. Opin. Solid State Mater. Sci. **24** (2020) 100835. Copyright 2020, Elsevier.

乱回折(EBSD)法が有効である。EBSD法で得られた方位情報から求められる解析値の中でも、GN転位密度と直接的な関係があるとしてひずみ解析によく用いられる値が式(4)で定義される Kernel average misorientation (KAM)である。

$$\theta_{KAM} = \frac{\sum_{i=1}^6 \Delta\theta_i}{6} \quad (4)$$

式(4)は正六角形グリッドを想定している。つまり、ある測定点とその隣接する測定点の方位差  $\Delta\theta_i$  の平均が KAM であり、ある測定点における GN 転位密度と対応がある[86]。しかし、ひずみと相関する現象は本来的には転位の総運動距離であり、例えば単純にはせん断ひずみ  $\gamma$  と転位運動距離は以下の式で結ばれる。

$$\gamma = b\rho_m\bar{x} \quad (5)$$

ここで  $b$  はバーガスベクトル、 $\rho_m$  は可動転位密度、 $\bar{x}$  は平均転位運動距離である。式を一見すると転位密度と関係があるように見えるが、この式はあくまでも単位体積あたりに存在する転位の合計運動距離をせん断ひずみに関連付けるものである。転位が動いた領域はすべてひずみを与えられた領域であるが、転位密度分布は転位が多く存在する領域を示しているだけなので、転位が掃いた領域とまだ掃いていない領域の境界線と、転位運動の障害物近傍で高い KAM 値が現れる。ひずみあたりの転位密度増大率も材料依存性が大きいので、KAM 値とひずみを相関づけるためには材料や現象の特徴に留意して議論する必要がある。また、き裂周りなど、単調かつ大きな方位勾配が存在する場では KAM 値はなからずしも局所ひずみとよい相関を示さない。KAM はあるピクセルとその周囲との平均方位差なので、仮に転位密度分布と塑性ひずみに対応がある場であったとしても、Fig. 14 に示すように塑性ひずみ勾配が単調で各ピクセル間の方位勾配が一定になると KAM 値も一定値に近くなる。この場合、存在しているはずの塑性ひずみが検出されないことになる。実際には完全に塑性ひずみ勾配や転位密度分布が線形に変化することはまずないが、き裂や切欠き先端周辺のような塑性ひずみ勾配が存在する場では KAM 値と塑性ひずみを対応づけることは難しい[87, 88]。この観点では、ある任意の点の方位  $\theta_i$  と参照方位  $\theta_R$  (例えば粒内平均方位) からの方位差を計算する Grain Reference Orientation Deviation (GROD) はき裂や切欠き周辺であっても同一粒内の相対的な指標として塑性ひずみ分布に対応する指標として利用できる[89-93]。しかし、参照方位の物理的意味が曖昧なため GROD 単独での粒内局所ひずみの定量評価は難しい。一方、式(6)で定義される、GROD の粒内平均値である Grain Orientation Spread (GOS) は粒内平均塑性ひずみとよい対応関係を示すことが知られる[94-96]。

$$\theta_{GOS} = \frac{\sum_{i=1}^n (\theta_i - \theta_R)}{n} \quad (6)$$

Fig. 15(a) は純 Ni の切欠き試料に応力を負荷後、除荷した状態で測定した GOS マップである。同条件で DIC 法により得た局所ひずみに対していくつかの粒の GOS 値をプロットした図が Fig. 15(b) である。極端にサイズが異なる粒や方位差  $5^\circ$  未満の亜粒界を含む粒(例えば点 H) の GOS 値はひずみとの対応が悪いが、多くの粒の GOS 値はひずみと対応関係があることが示されている。亜粒界を含む粒(H)も亜粒界を挟

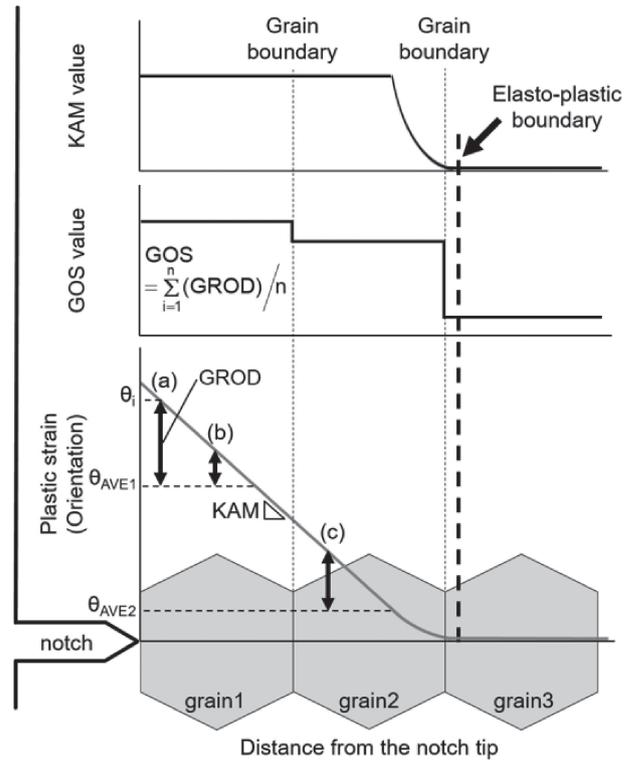


Fig. 14 A schematic of correspondence of crack/notch tip deformation field with KAM, GROD, and GOS [95, 96]. Reproduced with permission from Tetsu-to-Hagané **105** (2019) 222-230. Copyright 2019, ISIJ.

む隣接粒を解析対応から除外して GOS 値を求めると中空赤丸で示される値になり、ひずみとの相関が現れる。KAM 値もある領域で平均化した値を用いることで、平均塑性ひずみと対応関係が現れることが報告されている[97]。これら GOS や平均 KAM 値は空間分解能が結晶粒径などの大きなスケールになってしまうことに問題があるものの、現状では変形または破断後試料を用いた解析としては定量的に最も有力な指標であると考えられる。

ここまで“転位密度”が方位差分布と相関があることを利用した手法について、その注意点と有用性について述べたが、もちろん、直接的に注目領域の転位密度そのものを測定することができれば方位差に頼る必要はない。しかし、透過型電子顕微鏡で局所領域の転位密度測定をすることは容易ではなく、転位密度マッピングの手法としては実用的ではない。転位密度マッピングの視点では近年電子チャネリングコントラストイメージング(ECCI)による転位密度測定[98]が注目されている。ECCI は反射電子線像において、試料表面粒方位をチャネリング条件に合わせることで双晶[99]や第二相[100-102]ならびに弾性ひずみ場[103]をコントラスト変化として可視化できる。転位は弾性ひずみ場を有するので、近年の高空間分解能かつ高コントラストな反射電子線像では転位 1 本 1 本を観察できる[103-105]。Fig. 15(a) に示す領域の一部を観察して得た ECC 像の一例を Fig. 15(c) に示す。背景はチャネリング条件に合っているため暗く、転位が存在する箇所はチャネリング条件からはずれて反射電子線強度が高くなるため明るく表れている。ECCI 法は SEM を用いた手法であるので、Fig. 15(d) に示すように DIC 法で取得したひずみ分布と

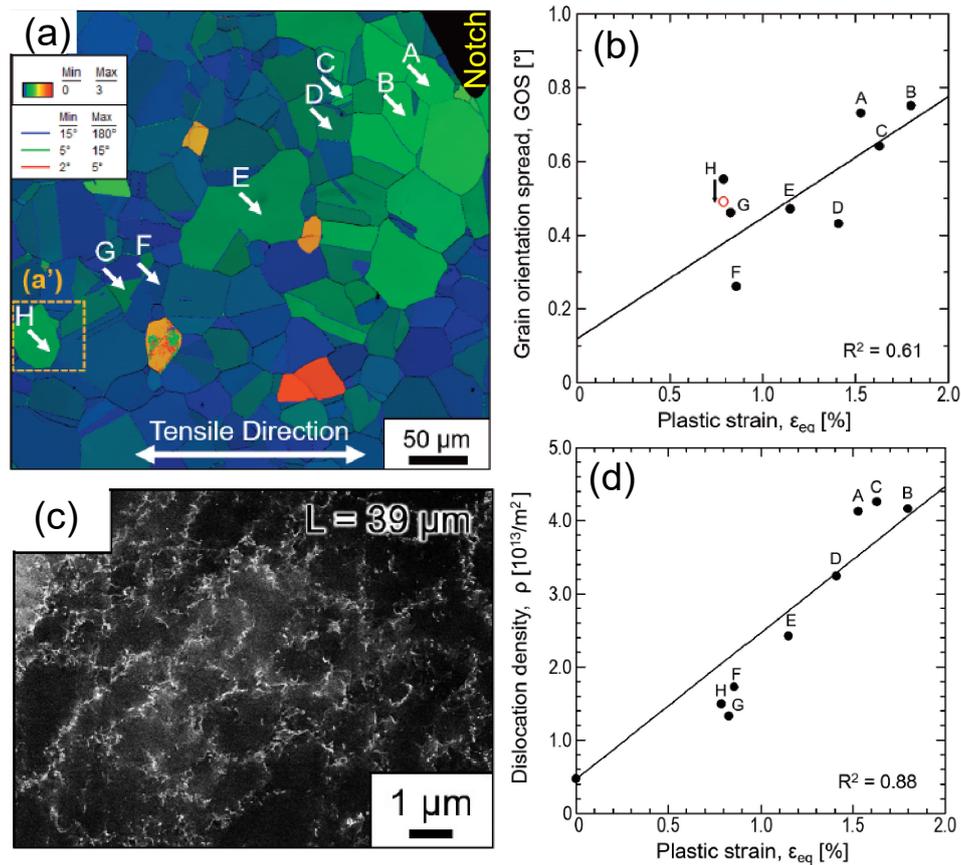


Fig. 15 (a) GOS map at a notch tip in a pure Ni and (b) corresponding GOS values plotted against local plastic strain obtained by DIC. (c) An example of an ECC image that shows dislocations at a distance of  $39 \mu\text{m}$  from the notch tip and (d) dislocation density plotted against local plastic strain [95, 96]. L: distance from the notch tip. Reproduced with permission from Tetsu-to-Hagané 105 (2019) 222-230. Copyright 2019, ISIJ.

対応づけて特定領域かつ広範囲の転位密度をマッピングできる。少なくとも低ひずみレベルでは粒平均の転位密度と塑性ひずみに強い相関があるため、本章冒頭に述べた転位運動とひずみの関係によく留意した上で、ECCI法による広範囲転位密度マッピングは破断材の塑性ひずみの見積もりに利用できる。単にひずみ分布を見積もる目的だけではなく、上述のGOS値解析の際にはずれ値が現れた際、その原因究明のために同一箇所をECCI観察することも容易であり、EBSD法とECCI法の併用により変形、破断後試料のひずみ解析の信頼性を向上させることができる。多くの研究者が認識しているように、結晶方位情報に基づく破断後試料のひずみ解析は不確定要素を複数含むため、ECCI法などの併用による信頼性の向上は、より定量的かつ確度の高い議論をするために必要不可欠といえる。一方、局所方位勾配や転位密度から見積もられた塑性ひずみはスカラーであり、各ひずみ成分に分解、表記できないことが弱点であるので、この点も今後の他手法との併用により解決されることが期待されている。

## 8. 総括

本論文では、局所・微視的ひずみ解析手法に焦点をあて、近年に開発されたひずみ解析手法を紹介するとともに、各手法の需要および長所について概説した。旧来、加工のためには変形を理解することが必要であり、変形を理解するための

ひずみ解析が要求されてきた。さらに加工、変形の先には破壊、ないしは加工限界が存在し、加工から破壊を理解するためのひずみ解析へと変遷してきた。破壊を理解するためには応力と強度のデータが必要である。より具体的には、破壊の駆動力は応力であり、応力は本来的に見えないものである。弾性ひずみの解析が必要である。大きな塑性変形が起ると応力の見積もりには計算の助けが不可欠となるが、その妥当性検証やひずみ実測値ベースの応力計算をするためには、高精度な局所ひずみ解析が不可欠である。特に、微視的き裂発生や微小き裂進展を理解するためには、サブ $\mu\text{m}$ スケールの空間分解能が要求され、その技術的要求水準は高い。強度の観点では格子欠陥蓄積や運動による微視的強度の低下が重要視されており、格子欠陥密度分布とひずみを結びつけて議論するため、応力と同様に高空間分解能でのひずみマッピングの需要が高まっている。また、現代において未解明課題として残されている破壊現象の多くは、力学場や速度論的因子、ならびに環境因子への依存性が大きく、空間分解能に留まらない多様な要求がひずみ解析に向けられている。これら高水準かつ多様な需要を満たすためには、対象とする現象を熟知するだけでなく、現状開発されている様々なひずみ解析の長所と限界をよく把握して、ときには複合的に利用することが必要である。さらに近年の研究展開では、ビッグデータの取得および利用が注目されている。ここで紹介したCTを含む全視野ひずみ解析は局所変形のビッグデータともいえるた

め、今後は特定のき裂解析に留まらない、ビッグデータとしてのひずみ解析の研究展開が期待される。以上、今後に読者が破壊現象を解析するにあたって、本論文がひずみ解析手法の選択やさらなる手法開発の一助となれば幸いである。

本成果は日本学術振興会科学研究費助成事業基盤研究 B (JP24K01187) の助成を受けたものである。

## 文 献

- [1] M. Nagumo and K. Takai: The predominant role of strain-induced vacancies in hydrogen embrittlement of steels: Overview, *Acta Mater.* **165** (2019) 722-733.
- [2] S.F. Anis, M. Koyama, S. Hamada and H. Noguchi: Simplified stress field determination for an inclined crack and interaction between two cracks under tension, *Theore. Appl. Fract. Mech.* **107** (2020) 102561.
- [3] M. Koyama: Quantification and Characterization of Microdamage Resistance in Metals for Designing High-Strength Ductile Microstructures, *Accounts of Materials Research* **2** (2021) 1167-1176.
- [4] M. Koyama, Y. Shimomura, A. Chiba, E. Akiyama and K. Tsuzaki: Room-temperature blue brittleness of Fe-Mn-C austenitic steels, *Scr. Mater.* **141** (2017) 20-23.
- [5] C.C. Tasan, M. Diehl, D. Yan, M. Bechtold, F. Roters, L. Schemmann, C. Zheng, N. Peranio, D. Ponge, M. Koyama, K. Tsuzaki and D. Raabe: An Overview of Dual-Phase Steels: Advances in Microstructure-Oriented Processing and Micromechanically Guided Design, *Annu. Rev. Mater. Res.* **45** (2015) 391-431.
- [6] N. Uehata, M. Koyama, S. Takagi and K. Tsuzaki: Optical Microscopy-Based Damage Quantification: an Example of Cryogenic Deformation of a Dual-Phase Steel, *ISIJ Int.* **58** (2018) 179-185.
- [7] T. Kaneko, M. Koyama, T. Fujisawa and K. Tsuzaki: Combined Multi-scale Analyses on Strain/Damage/Microstructure in Steel: Example of Damage Evolution Associated with  $\epsilon$ -martensitic Transformation, *ISIJ Int.* **56** (2016) 2037-2046.
- [8] T. Kaneko, M. Koyama, T. Fujisawa and K. Tsuzaki: Combined Multi-scale Analyses on Strain/Damage/Microstructure in Steel: Example of Damage Evolution Associated with  $\epsilon$ -martensitic Transformation, *Tetsu-to-Hagané* **102** (2016) 227-236 (in Japanese).
- [9] M. Koyama, T. Kaneko, T. Sawaguchi and K. Tsuzaki: Microstructural damage evolution and arrest in binary Fe-high-Mn alloys with different deformation temperatures, *Int. J. Fract.* **213** (2018) 193-206.
- [10] S. Hamada, K. Zhang, M. Koyama, M. Ueda and H. Noguchi: Fatigue crack propagation modes: plastic deformation mode and damage accumulation mode, *Int. J. Fract.* **222** (2020) 111-122.
- [11] J. Pokluda and P. Šandera: *Micromechanisms of Fracture and Fatigue: In a Multi-scale Context*, (Springer, Verlag, 2010).
- [12] I.M. Robertson, P. Sofronis, A. Nagao, M.L. Martin, S. Wang, D.W. Gross and K.E. Nygren: Hydrogen Embrittlement Understood, *Metall. Mater. Trans. A* **46** (2015) 2323-2341.
- [13] M. Koyama, C.C. Tasan, E. Akiyama, K. Tsuzaki and D. Raabe: Hydrogen-assisted decohesion and localized plasticity in dual-phase steel, *Acta Mater.* **70** (2014) 174-187.
- [14] H. Yu, A. Díaz, X. Lu, B. Sun, Y. Ding, M. Koyama, J. He, X. Zhou, A. Oudriss, X. Feugas and Z. Zhang: Hydrogen Embrittlement as a Conspicuous Material Challenge—Comprehensive Review and Future Directions, *Chem. Rev.* **124** (2024) 6271-6392.
- [15] M.R. Bache: A review of dwell sensitive fatigue in titanium alloys: the role of microstructure, texture and operating conditions, *Int. J. Fatigue* **25** (2003) 1079-1087.
- [16] J. Everaerts, D. Gontcharov, B. Verlinden and M. Wevers: The influence of load holds on the fatigue behaviour of drawn Ti-6Al-4V wires, *Int. J. Fatigue* **98** (2017) 203-211.
- [17] N. Ishikawa, K. Yasuda, H. Sueyoshi, S. Endo, H. Ikeda, T. Morikawa and K. Higashida: Microscopic deformation and strain hardening analysis of ferrite-bainite dual-phase steels using micro-grid method, *Acta Mater.* **97** (2015) 257-268.
- [18] A. Clair, M. Foucault, O. Calonne, Y. Lacroute, L. Markey, M. Salazar, V. Vignal and E. Finot: Strain mapping near a triple junction in strained Ni-based alloy using EBSD and biaxial nanogauges, *Acta Mater.* **59** (2011) 3116-3123.
- [19] T. Morikawa, R. Kurosaka, M. Tanaka, T. Ichie and K. Murakami: Strain Distribution Analysis Using Precise Markers in Cold-Rolled Ultra-Low Carbon Steel, *ISIJ Int.* **62** (2022) 2069-2073.
- [20] K. Yasuda, N. Ishikawa, H. Sueyoshi, T. Morikawa, M. Tanaka and K. Higashida: Effect of Local Deformation Microstructure on Ductile Fracture Behavior of Ferrite-Bainite Duplex Steel, *Tetsu-to-Hagané* **110** (2024) 279-288 (in Japanese).
- [21] H. Minami, H. Ikeda, T. Morikawa, K. Higashida, T. Mayama, Y. Toji and K. Hasegawa: Visualization of Plastic Strain Distribution in a Dual-Phase Steel Using High-Precision Grid-Markers, *Tetsu-to-Hagané* **98** (2012) 303-310 (in Japanese).
- [22] Z.H. He, M.A. Sutton, W.F. Ranson and W.H. Peters: Two-Dimensional Fluid-Velocity Measurements by Use of Digital-Speckle Correlation Techniques, *Exp. Mech.* **24** (1984) 117-121.
- [23] T.C. Chu, W.F. Ranson and M.A. Sutton: Applications of digital-image-correlation techniques to experimental mechanics, *Exp. Mech.* **25** (1985) 232-244.
- [24] M.A. Sutton, C. Mingqi, W.H. Peters, Y.J. Chao and S.R. McNeill: Application of an optimized digital correlation method to planar deformation analysis, *Image Vis. Comput.* **4** (1986) 143-150.
- [25] N. Koga: Visualization of Strain Distribution in Metal Materials by Digital Image Correlation Method, *Materia Japan* **55** (2016) 267-270 (in Japanese).
- [26] B. Pan, H. Xie and Z. Wang: Equivalence of digital image correlation criteria for pattern matching, *Appl. Opt.* **49** (2010) 5501-5509.
- [27] A. Kotousov, Z. He and A. Fanciulli: Application of digital image correlation technique for investigation of the displacement and strain fields within a sharp notch, *Theor. Appl. Fract. Mech.* **79** (2015) 51-57.
- [28] H. Nishikawa and Y. Furuya: Development of a Method for Evaluating Microstructurally Small Fatigue Crack Initiation and Growth by Using an Automatic System for *In Situ* Observation in Conjunction with a Digital-Image Correlation Technique, *ISIJ Int.* **60** (2020) 2090-2096.
- [29] N. Koga, T. Yamashita and O. Umezawa: Strain Distribution and Deformation-induced Martensitic Transformation in Tension for a TRIP Steel Plate, *ISIJ Int.* **60** (2020) 2083-2089.
- [30] N. Koga, M. Suzuki and O. Umezawa: Influence of layer thickness on tensile deformation and fracture in the ferrite + martensite fine multi-layered steel sheets, *Mater. Sci. Eng. A* **806** (2021) 140599.
- [31] M.A. Sutton, J.J. Ortu and H. Schreier: *Image Correlation for Shape, Motion and Deformation Measurements: Basic Concepts, Theory and Applications*, (Springer Science & Business Media, Berlin, 2009).
- [32] N. Nakada, M. Nishiyama, N. Koga, T. Tsuchiyama and S. Takaki: Hierarchical Strain Distribution Analysis Formed in DP Steel Using a Combination of Metallographic Image and Digital Image Correlation Method, *Tetsu-to-Hagané* **100** (2014) 1238-1245 (in Japanese).
- [33] D. Yan, C.C. Tasan and D. Raabe: High resolution in situ mapping of microstrain and microstructure evolution reveals damage resistance criteria in dual phase steels, *Acta Mater.* **96** (2015) 399-409.
- [34] S. Hamada, Y. Araki and H. Noguchi: Digital-image-correlation observation of cyclic plastic strain field during the damage-accumulation mode of fatigue crack propagation under pure cyclic mode II loading for cold-rolled SUS430 steel, *Mater. Sci. Eng. A* **845** (2022) 143246.
- [35] S.-H. Joo, J.K. Lee, J.-M. Koo, S. Lee, D.-W. Suh and H.S. Kim: Method for measuring nanoscale local strain in a dual phase steel using digital image correlation with nanodot patterns, *Scr. Mater.* **68** (2013) 245-248.
- [36] M. Koyama, T. Ogawa, D. Yan, Y. Matsumoto, C.C. Tasan, K. Takai and K. Tsuzaki: Hydrogen desorption and cracking associated with martensitic transformation in Fe-Cr-Ni-Based austenitic steels with different carbon contents, *Int. J. Hydrog. Energy* **42** (2017) 26423-26435.
- [37] F. Bourdin, J.C. Stinville, M.P. Echlin, P.G. Callahan, W.C. Lenthe, C.J. Torbet, D. Texier, F. Bridier, J. Cormier, P. Villechaise, T.M. Pollock and V. Valle: Measurements of plastic localization by heaviside-digital image correlation, *Acta Mater.* **157** (2018) 307-325.
- [38] Y. Tanaka, K. Naito, S. Kishimoto and Y. Kagawa: Development of a pattern to measure multiscale deformation and strain distribution via *in situ* FE-SEM observations, *Nanotechnology* **22** (2011) 115704.
- [39] M. Koyama, Y. Tanaka and K. Tsuzaki: Micrographic Digital Image Correlation Coupled with Microlithography: Case Study of Strain Localization and Subsequent Cracking at an FIB Notch Tip in a

- Laminated Ti-6Al-4V Alloy, *Exp. Mech.* **58** (2018) 381-386.
- [40] M. Koyama, K. Yamanouchi, Q. Wang, S. Ri, Y. Tanaka, Y. Hamano, S. Yamasaki, M. Mitsuhara, M. Ohkubo, H. Noguchi and K. Tsuzaki: Multiscale in situ deformation experiments: A sequential process from strain localization to failure in a laminated Ti-6Al-4V alloy, *Mater. Charact.* **128** (2017) 217-225.
- [41] A. Maenosono, M. Koyama, Y. Tanaka, S. Ri, Q. Wang and H. Noguchi: Crystallographic selection rule for the propagation mode of microstructurally small fatigue crack in a laminated Ti-6Al-4V alloy: Roles of basal and pyramidal slips, *Int. J. Fatigue* **128** (2019) 105200.
- [42] Q. Wang, S. Ri, H. Tsuda, M. Koyama and K. Tsuzaki: Two-dimensional Moiré phase analysis for accurate strain distribution measurement and application in crack prediction, *Opt. Express* **25** (2017) 13465-13480.
- [43] Y. Morimoto, M. Fujigaki and A. Masaya: Displacement and Strain Distribution Measurement by Sampling Moiré Method, *J. Vac. Soc. Japan* **54** (2011) 32-38 (in Japanese).
- [44] Q. Wang, S. Ri, H. Tsuda and M. Koyama: Optical full-field strain measurement method from wrapped sampling Moiré phase to minimize the influence of defects and its applications, *Opt. Lasers Eng.* **110** (2018) 155-162.
- [45] M. Koyama, T. Kaneko, T. Sawaguchi and K. Tsuzaki: Microstructural damage evolution and arrest in binary Fe-high-Mn alloys with different deformation temperatures, *Int. J. Fract.* **213** (2018) 193-206.
- [46] S. Hamada, T. Fujisawa, M. Koyama, N. Koga, N. Nakada, T. Tsuchiyama, M. Ueda and H. Noguchi: Strain mapping with high spatial resolution across a wide observation range by digital image correlation on plastic replicas, *Mater. Charact.* **98** (2014) 140-146.
- [47] N. Koga, Y. Sakamaki, A. Kaseya, O. Umezawa, H. Nakata and S. Toyoda: Visualization of strain distribution around fatigue crack developed by low cycle fatigue test in high-strength steels using digital image correlation method for replica films, *Mater. Charact.* **185** (2022) 111731.
- [48] N. Koga, M. Fujita and C. Watanabe: Visualization of Microscopic-Scale Strain Distributions in Martensitic Steel over a Wide Range of Tensile Strain by Using Digital Image Correlation Method on Replica Film, *Mater. Trans.* **62** (2021) 1424-1427.
- [49] H. Ito, Y. Suzuki, H. Nishikawa, M. Kinefuchi, M. Enoki and K. Shibana: Multiscale model prediction of ferritic steel fatigue strength based on microstructural information, tensile properties, and loading conditions (no adjustable material constants), *Int. J. Mech. Sci.* **170** (2020) 105339.
- [50] H. Nishikawa, K. Habib, Y. Furuya, T. Hara, T. Osada and K. Kawagishi: Short fatigue crack growth mechanism in Ni-Co based superalloy at elevated temperatures and in oxidative atmospheres, *Mater. Sci. Eng. A* **885** (2023) 145655.
- [51] J. Lehtinen, J. Munkberg, J. Hasselgren, S. Laine, T. Karras, M. Aittala and T. Aila: Noise2Noise: Learning image restoration without clean data., arXiv preprint arXiv:1803.04189 (2018).
- [52] S. Takahashi and N. Nakada: Dynamic evaluation of development of microscopic strain distribution by digital image correlation with motion video taken by scanning electron microscopy, *Mater. Lett.* **272** (2020) 127816.
- [53] Y. Aoki, M. Koyama, M. Tanaka and K. Tsuzaki: Crack Tip Deformation during Dwell Fatigue and Its Correlation with Crack/Fracture Surface Morphologies in a Bi-Modal Ti-6Al-4V Alloy, *Mater. Trans.* **63** (2022) 1232-1241.
- [54] Y. Aoki, M. Koyama, M. Tanaka and K. Tsuzaki: Crack Tip Deformation during Dwell Fatigue and Its Correlation with Crack/Fracture Surface Morphologies in a Bi-Modal Ti-6Al-4V Alloy, *J. Japan Inst. Met. Mater.* **87** (2023) 309-318 (in Japanese).
- [55] Q. Wang, S. Ri, A. Maenosono, Y. Tanaka and M. Koyama: 1-second-resolved strain mapping in Ti-6Al-4V alloys during dwell fatigue in SEM by video sampling moiré, *Mechanics of Materials* **133** (2019) 63-70.
- [56] D. Zonta, A. Chiappini, A. Chiasera, M. Ferrari, M. Pozzi, L. Battisti and M. Benedetti: Photonic crystals for monitoring fatigue phenomena in steel structures, *Proc. SPIE* **7292** (2009) 729215.
- [57] H. Fudouzi, T. Sawada, Y. Tanaka, I. Ario, T. Hyakutake and I. Nishizaki: Smart photonic coating as a new visualization technique of strain deformation of metal plates, *Proc. SPIE* **8345** (2012) 83451S.
- [58] H. Fudouzi and T. Sawada: Photonic Rubber Sheets with Tunable Color by Elastic Deformation, *Langmuir* **22** (2006) 1365-1368.
- [59] A. Chiappini, A. Piotrowska, M. Marciniak, M. Ferrari and D. Zonta: Design and fabrication of mechanochromic photonic crystals as strain sensor, *Proc. SPIE* **9435** (2015) 94350J.
- [60] Y. Tanaka, H. Fudouzi and T. Hyakutake: Feasibility Study of Visualizing Strain Distributions Using Opal Film, *ISIJ Int.* **62** (2022) 257-262.
- [61] H. Fudouzi: Fabricating high-quality opal films with uniform structure over a large area, *J. Colloid and Interface Sci.* **275** (2004) 277-283.
- [62] H. Fudouzi: *Nanomaterials and Nanoarchitectures. NATO Science for Peace and Security Series C: Environmental Security*, (Springer, Cham, 2015) pp. 1-19.
- [63] Y. Zhou, Z. Yang, M. Koyama, S. Ajito, T. Hojo, H. Fudouzi and E. Akiyama: Quantitative Evaluation of the Relationship between Strain and Color Change in Opal Photonic Crystal Films and Application into Complex Specimen Geometries, *ISIJ Int.* **62** (2022) 2061-2068.
- [64] Y. Zhou, Z. Yang, M. Koyama, S. Ajito, T. Hojo, H. Fudouzi and E. Akiyama: Quantitative Evaluation of the Relationship between Strain and Color Change in Opal Photonic Crystal Films and Application into Complex Specimen Geometries, *Tetsu-to-Hagané* **110** (2024) 311-320 (in Japanese).
- [65] Z. Yang, M. Koyama, H. Fudouzi, T. Hojo and E. Akiyama: Availability of Opal Photonic Crystal Films for Visualizing Heterogeneous Strain Evolution in Steels: Example of Lüders Deformation, *ISIJ Int.* **60** (2020) 2604-2608.
- [66] Z. Yang, M. Koyama, H. Fudouzi, T. Hojo and E. Akiyama: Availability of Opal Photonic Crystal Films for Visualizing Heterogeneous Strain Evolution in Steels: Example of Lüders Deformation, *Tetsu-to-Hagané* **107** (2021) 681-686 (in Japanese).
- [67] Y. Nohara, E. Tochigi, N. Shibata, T. Yamamoto and Y. Ikuhara: Dislocation structures and strain fields in [111] low-angle tilt grain boundaries in zirconia bicrystals, *J. Electron Microsc.* **59** (2010) S117-S121.
- [68] V. Piccolo, A. Chiappini, A. Vaccari, A.C. Lesina, M. Ferrari, L. Deseri, M. Perry and D. Zonta: Finite difference analysis and experimental validation of 3D photonic crystals for structural health monitoring, *SPIE* **10168** (2017) 10168E.
- [69] M.A. Sutton, N. Li, D. Garcia, N. Cornille, J.J. Orteu, S.R. McNeill, H.W. Schreier and X. Li: Metrology in a scanning electron microscope: theoretical developments and experimental validation, *Meas. Sci. Technol.* **17** (2006) 2613.
- [70] S. Ri, Q. Wang, H. Tsuda, I. Iida, H. Sato and T. Nakajima: Strain Measurement of Structural Materials Using the Sampling Moiré Method, *Journal of JSNDI* **64** (2015) 1-6.
- [71] M. Kobayashi, H. Toda, Y. Kawai, T. Ohgaki, K. Uesugi, D.S. Wilkinson, T. Kobayashi, Y. Aoki and M. Nakazawa: High-density three-dimensional mapping of internal strain by tracking microstructural features, *Acta Mater.* **56** (2008) 2167-2181.
- [72] H. Toda, Y. Ohkawa, T. Kamiko, T. Naganuma, K. Uesugi, A. Takeuchi, Y. Suzuki and M. Kobayashi: Grain boundary tracking: A four-dimensional visualization technique for determining grain boundary geometry via local strain mapping, *Acta Mater.* **61** (2013) 5535-5548.
- [73] H. Su, H. Toda, R. Masunaga, K. Shimizu, H. Gao, K. Sasaki, M.S. Bhuiyan, K. Uesugi, A. Takeuchi and Y. Watanabe: Influence of hydrogen on strain localization and fracture behavior in Al-Zn-Mg-Cu aluminum alloys, *Acta Mater.* **159** (2018) 332-343.
- [74] Y. Wang, B. Sharma, Y. Xu, K. Shimizu, H. Fujihara, K. Hirayama, A. Takeuchi, M. Uesugi, G. Cheng and H. Toda: Switching nanoprecipitates to resist hydrogen embrittlement in high-strength aluminum alloys, *Nat. Commun.* **13** (2022) 6860.
- [75] K. Shimizu, H. Toda, H. Fujihara, M. Yamaguchi, M. Uesugi, A. Takeuchi, M. Nishijima and Y. Kamada: Hydrogen Embrittlement and its Prevention in 7XXX Aluminum Alloys with High Zn Concentrations, *Corrosion* **79** (2023) 818-830.
- [76] K. Shimizu, H. Toda, K. Uesugi and A. Takeuchi: Local Deformation and Fracture Behavior of High-Strength Aluminum Alloys Under Hydrogen Influence, *Metall. Mater. Trans. A* **51** (2020) 1-19.
- [77] H. Toda, K. Shimizu, K. Uesugi, Y. Suzuki and M. Kobayashi: Application of Dual-Energy K-Edge Subtraction Imaging to Assessment of Heat Treatments in Al-Cu Alloys, *Mater. Trans.* **51** (2010) 2045-2048.
- [78] A. Takeuchi, K. Uesugi, M. Uesugi, H. Toda, K. Hirayama, K. Shimizu, K. Matsuo and T. Nakamura: High-energy x-ray nanotomography introducing an apodization Fresnel zone plate objective lens, *Rev. Sci. Instrum.* **92** (2021) 023701.
- [79] B.K. Bay, T.S. Smith, D.P. Fyhrle and M. Saad: Digital volume correlation: Three-dimensional Strain Mapping Using X-ray Tomography, *Exp. Mech.* **39** (1999) 217-226.
- [80] H. Leclerc, J.N. Périé, S. Roux and F. Hild: Voxel-Scale Digital Volume Correlation, *Exp. Mech.* **51** (2011) 479-490.
- [81] M. Gates, J. Lambros and M.T. Heath: Towards High Performance Digital Volume Correlation, *Exp. Mech.* **51** (2011) 491-507.

- [82] T.F. Morgeneyer, L. Helfen, H. Mubarak and F. Hild: 3D Digital Volume Correlation of Synchrotron Radiation Laminography Images of Ductile Crack Initiation: An Initial Feasibility Study, *Exp. Mech.* **53** (2013) 543-556.
- [83] N.P. van Dijk, D. Wu, C. Persson and P. Isaksson: A global digital volume correlation algorithm based on higher-order finite elements: Implementation and evaluation, *Int. J. Solids Struct.* **168** (2019) 211-227.
- [84] M. Kobayashi and H. Miura: 3D/4D characterization of strain distribution evolving within the microstructure during plastic deformation, *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.* **24** (2020) 100835.
- [85] S.I. Wright, M.M. Nowell and D.P. Field: A Review of Strain Analysis Using Electron Backscatter Diffraction, *Microsc. Microanal.* **17** (2011) 316-329.
- [86] M. Calcagnotto, D. Ponge, E. Demir and D. Raabe: Orientation gradients and geometrically necessary dislocations in ultrafine grained dual-phase steels studied by 2D and 3D EBSD, *Mater. Sci. Eng. A* **527** (2010) 2738-2746.
- [87] T. Kumamoto, M. Koyama, K. Sato and K. Tsuzaki: Evolution of Quasi-Brittle Hydrogen-Assisted Damages in a Dual-Phase Steel, *J. Japan Inst. Met. Mater.* **83** (2019) 221-230 (in Japanese).
- [88] T. Kumamoto, M. Koyama, K. Sato and K. Tsuzaki: Evolution of Quasi-Brittle Hydrogen-Assisted Damages in a Dual-Phase Steel, *Mater. Trans.* **60** (2019) 2368-2377.
- [89] H. Nishikawa, Y. Oda, Y. Takahashi and H. Noguchi: Microscopic Observation of the Brittle-Striation Formation Mechanism in Low Carbon Steel Fatigued in Hydrogen Gas, *J. Solid Mech. Mater. Eng.* **5** (2011) 179-190.
- [90] M. Koyama, Y. Onishi and H. Noguchi: Characteristics of hydrogen-assisted intergranular fatigue crack growth in interstitial-free steel: role of plastic strain localization, *Int. J. Fract.* **206** (2017) 123-130.
- [91] T.T. Huynh, M. Koyama, Y. Takahashi, S. Hamada, K. Tsuzaki and H. Noguchi: Plastic deformation sequence and strain gradient characteristics of hydrogen-induced delayed crack propagation in single-crystalline Fe-Si alloy, *Scr. Mater.* **178** (2020) 99-103.
- [92] N. Kobayashi, M. Koyama, M. Yamamura, T. Hojo and E. Akiyama: Cr Effects on the Local Plasticity Evolution and Fracture Behaviors of Ni-Cr Alloys Tensile-Tested under Hydrogen Charging, *J. Japan Inst. Met. Mater.* **86** (2022) 77-84.
- [93] N. Kobayashi, M. Koyama, M. Yamamura, T. Hojo and E. Akiyama: Cr Effects on the Local Plasticity Evolution and Fracture Behaviors of Ni-Cr Alloys Tensile-Tested under Hydrogen Charging, *Mater. Trans.* **64** (2023) 212-219.
- [94] K. Sasaki, M. Kamaya, T. Miura and K. Fukuya: Correlation between Microstructural Scale Plastic Strain and Misorientation, *J. Japan Inst. Metals* **74** (2010) 467-474 (in Japanese).
- [95] R. Kakimoto, M. Koyama and K. Tsuzaki: EBSD and ECCI Based Assessments of Inhomogeneous Plastic Strain Evolution Coupled with Digital Image Correlation, *Tetsu-to-Hagané* **105** (2019) 222-230 (in Japanese).
- [96] R. Kakimoto, M. Koyama and K. Tsuzaki: EBSD- and ECCI-based Assessments of Inhomogeneous Plastic Strain Evolution Coupled with Digital Image Correlation, *ISIJ Int.* **59** (2019) 2334-2342.
- [97] N. Nakada, K.-i. Ikeda, H. Shuto, T. Yokoi, T. Tsuchiyama, S. Hata, H. Nakashima and S. Takaki: Quantification of Large Deformation with Punching in Dual Phase Steel and Change of its Microstructure -Part II: Local Strain Mapping of Dual Phase Steel by a Combination Technique of Electron Backscatter Diffraction and Digital Image Correlation Methods, *ISIJ Int.* **56** (2016) 2077-2083.
- [98] I. Gutierrez-Urrutia and D. Raabe: Dislocation density measurement by electron channeling contrast imaging in a scanning electron microscope, *Scr. Mater.* **66** (2012) 343-346.
- [99] I. Gutierrez-Urrutia, S. Zaeferrer and D. Raabe: Electron channeling contrast imaging of twins and dislocations in twinning-induced plasticity steels under controlled diffraction conditions in a scanning electron microscope, *Scr. Mater.* **61** (2009) 737-740.
- [100] M. Koyama, M. Seo, K. Nakafuji and K. Tsuzaki: Stacking fault aggregation during cooling composing FCC-HCP martensitic transformation revealed by *in-situ* electron channeling contrast imaging in an Fe-high Mn alloy, *Sci. Technol. Adv. Mater.* **22** (2021) 135-140.
- [101] M. Koyama, T. Yamashita, S. Morooka, T. Sawaguchi, Z. Yang, T. Hojo, T. Kawasaki and S. Harjo: Microstructure and Plasticity Evolution During Lüders Deformation in an Fe-5Mn-0.1C Medium-Mn Steel, *ISIJ Int.* **62** (2022) 2036-2042.
- [102] M. Koyama, T. Yamashita, S. Morooka, T. Sawaguchi, Z. Yang, T. Hojo, T. Kawasaki and S. Harjo: Microstructure and Plasticity Evolution During Lüders Deformation in an Fe-5Mn-0.1C Medium-Mn Steel, *Tetsu-to-Hagané* **110** (2024) 197-204 (in Japanese).
- [103] S. Zaeferrer and N.-N. Elhami: Theory and application of electron channelling contrast imaging under controlled diffraction conditions, *Acta Mater.* **75** (2014) 20-50.
- [104] K. Habib, M. Koyama, T. Tsuchiyama and H. Noguchi: Visualization of dislocations through electron channeling contrast imaging at fatigue crack tip, interacting with pre-existing dislocations, *Mater. Res. Lett.* **6** (2018) 61-66.
- [105] K. Nakafuji, M. Koyama and K. Tsuzaki: *In-Situ* Electron Channeling Contrast Imaging under Tensile Loading: Residual Stress, Dislocation Motion, and Slip Line Formation, *Sci. Rep.* **10** (2020) 2622.