

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 30 年 6 月 18 日現在

機関番号：82108

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2015～2017

課題番号：15H04149

研究課題名(和文) TEMその場変形・計測技術によるbcc金属の局所力学挙動の転位論的解明

研究課題名(英文) Dislocation theory model for local deformation behavior in bcc metal through TEM in-situ straining technique

研究代表者

大村 孝仁 (Ohmura, Takahito)

国立研究開発法人物質・材料研究機構・構造材料研究拠点・副拠点長

研究者番号：40343884

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 10,000,000円

研究成果の概要(和文)：TEMその場変形・計測においてFe基合金の解析を行った結果、粒界付近における転位反応について、従来モデルの堆積挙動ではなく、粒界で消滅する挙動が観察された。炭素を含む微細組織が分散する場合には、ひずみバーストが抑制されることを明らかにした。微細組織が転位運動の抵抗になることにより、転位の易動度を抑制することに加えて転位増殖を促進すると考えられ、結果として転位組織がプラナーになると考察した。ナノインデンテーション解析においては、Fe-Si合金の塑性変形開始時に変位量が小さい現象について、圧痕下のTEM観察を行った結果、IF鋼に比べて塑性変形域のサイズが比較的小さいことが明らかとなった。

研究成果の概要(英文)：TEM in-situ straining measurements for Fe base alloys revealed that dislocations disappear at the grain boundary during deformation, which is not consistent with conventional of pile-up model. In the case of a steel containing carbon with fine microstructures, strain burst is retard due to a high resistance to dislocation motion. The fine structure causes low dislocation mobility and depresses a dislocation multiplication leading to a planar dislocation structure. The size of plastic zone underneath the indenter induced by ex-situ indentation is smaller for Fe-Si alloy than that of IF steel.

研究分野：材料強度物性

キーワード：Fe基合金 転位 粒界 結晶粒径 ナノインデンテーション

## 1. 研究開始当初の背景

結晶粒微細化強化として知られる粒界の役割は、塑性変形の担い手である転位の運動を妨げる役割としてモデル化され、結晶粒径が小さくなるとその密度が上昇することで降伏強度や引張強度が上昇する挙動として知られており、学術的・工業的に極めて重要な知見である。これを記述する関係式として Hall-Petch の式が広く受け入れられている。この Hall-Petch の関係は、実験から得られた経験式として示され、種々のモデルによってその機構の理解が試みられている。強化に寄与する主な機構モデルは、粒界が転位のすべり運動の障害となる挙動や、転位源として作用して転位間相互作用を促進する働きである。前者のモデルとしては転位のピルアップモデル、後者のモデルは転位源モデルと GN 転位モデルがそれぞれ示されている。いずれのモデルも、転位論を基に粒界との相互作用を論じており、その挙動は透過電子顕微鏡による転位組織観察などで検証されている。

一方、材料の力学挙動のミクロモデルは、個々の転位運動と応力・ひずみとの関係を定式化した転位論モデルが主流である。例えば、転位の移動速度を外力の関数として表現した Johnston-Gilman 理論や、マクロなひずみ速度を転位密度と転位の移動速度の積でモデル化した Orowan 理論などが一般的である。これらのモデルは、転位の易動度が変形抵抗を支配する易動度支配型を良く表現しており、降伏応力のひずみ速度依存性や温度依存性を転位運動の熱活性化過程によって説明することに成功している。しかし、これらのモデルは、短時間における転位密度が一定の条件であり、一方、実際の材料は不均一に転位密度が変化することが推測され、増殖支配型のモデル化も必要である。転位運動と力学のミクロモデルからマクロ挙動を表現するためには、転位の易動度に加えて転位密度の変化を考慮する必要がある。

この課題に対して申請者らは、局所力学挙動解析と TEM を組み合わせた手法により、転位密度変化と流動応力の関係を実験的に立証することに成功した。IF 鋼の TEM 内その場圧縮変形試験によって得られた真応力 - 真ひずみ曲線と、TEM 観察動画から抽出した転位組織から、降伏前は初期転位密度が極端に低い転位枯渇状態であるため降伏応力は 1GPa を超える高い値であり、降伏後では転位密度が上昇し、それとともに明確なひずみ軟化が現れている。転位線の方法が  $\langle 111 \rangle$  にほぼ平行であることから、刃状転位よりも易動度が低いらせん転位が支配的な典型的な bcc 構造の変形であることがわかる。この結果は、転位密度上昇による降伏点降下現象を実測した初めての例である。さらに、Fe-Si 合金の例では、瞬間的な塑性変形の開始の間に転位密度が大幅に上昇する現象を捉えることにも成功しており、転位密度変化

と塑性変形挙動の関係に関する新しい知見を示しつつある。

これらの手法を、種々の格子欠陥と転位との相互作用に適用することによって、転位の性格、易動度、組織発達などの特徴と力学応答との関係を定量的に明らかにすることが可能となる。転位論を基礎とする塑性変形のミクロモデルは、実験的な困難さから直接的な実証研究がほとんど進展しておらず、また、マクロスケールに展開する場合に均質系を仮定する必要がある。これに対して本提案の手法は、局所的な「組織と力学」の両方を直接的に捉えられる点で画期的な手法であり、基礎的視点であるミクロモデルの検証に加えて、実用材料にも応用が可能で、マクロスケールを構成する複合的な因子を分離して理解することが可能になると期待される。

## 2. 研究の目的

本研究の目的は、転位運動に基づいてモデル化されている力学挙動の発現機構について、新しい技術である透過電子顕微鏡(TEM)内その場変形・計測によって転位運動の観察と力学応答の計測を同時に行い、降伏現象や加工硬化・軟化の素過程、粒界や固溶元素などの格子欠陥の影響を明らかにして、「組織と特性」のミクロモデルを構築してマクロ特性の発現機構を解明することである。TEM 内その場変形技術は、従来は変形を加える機構のみが備わっていたのに対し、本提案の技術は TEM 観察と同時に荷重と変位を実測できることが大きな特徴であり、これによって転位運動と力学挙動の関係を定量的に明らかにすることができる。

## 3. 研究の方法

本研究の主要な装置である TEM 内その場変形・計測装置は、物質・材料研究機構に既存の設備を用いた。材料は、 $\alpha$ -Fe 合金などの bcc 金属双結晶、C, Ni, Al, Si, Mn などを添加した鉄基 2 元系多結晶合金を用いた。bcc 金属を用いる理由は、主要な構造材料である鉄鋼を構成する重要な相であることや、bcc 構造中ではらせん転位の易動度が低いためにはらせん転位に観察ターゲットを絞りやすいためである。これらの試料に対して、SEM-EBSD によって予め結晶方位を特定した位置から FIB-SEM によってマイクロピラー圧縮試験片を作成し、TEM によって転位組織などを予備観察した後にその場変形・計測を行った。その場測定によって得られた TEM 動画は、応力 - ひずみ関係と同期化を行って、転位組織と力学応答の関係を明確化した。

## 4. 研究成果

H27 年度においては、TEM その場変形・計測において Fe 基合金の解析を行った結果、粒界付近における転位反応について、従来モデルの堆積挙動ではなく、粒界で消滅する挙動が観察された。粒界性格などに依存するこ

とが想定され、結晶粒が微細である場合に起き易い傾向があることが確認された。強ひずみ加工で創製された超微細粒材料の場合、粒界における力学状態が粗大粒とは異なることが指摘されており、残留応力・ひずみが高い状態であることが推測される。外力と残留応力の関係については定量的に議論する必要はあるものの、定性的には、転位の自己応力場と粒界における残留応力において、転位の自己エネルギーが粒界に吸収されることでトータルのエネルギーが低減する現象はあり得ると考察する。ナノインデンテーション解析においては、Fe-Si 合金の塑性変形開始時に変位量が小さい現象について、圧痕下の TEM 観察を行った結果、IF 鋼に比べて塑性変形域のサイズが比較的小さいことが明らかとなった。これは、Fe-Si 合金において指摘されているすべり面の制限によって交差すべりが抑制されたことによる平均自由行程の低下が原因と考察した。

H28 年度においては、TEM その場変形・計測において、Fe 基合金の測定を行った結果、炭素を含む微細組織が分散する場合にはひずみバーストが抑制されることを明らかにした。微細組織が転位運動の抵抗になることにより、転位の易動度を抑制することに加えて転位増殖を促進すると考えられ、結果として転位組織がプラナーになると考察した。ナノインデンテーション解析においては、Fe-Ni 合金を用いた測定を行った結果、前年度に行った Fe-Si 合金とは異なる挙動をしめした。すなわち、Fe-Si 合金の場合は、ひずみバーストの臨界荷重である  $P_c$  とバースト量を表す  $\Delta h$  との関係において、Si 量の増加とともに  $P_c$  に対する  $\Delta h$  の値が減少する傾向にあったが、Fe-Ni 合金の場合は IF 鋼と同様に  $\Delta h$  の値が減少する傾向は見られなかった。過去の文献から、Fe-Si 合金は脆性 - 延性遷移温度が IF 鋼に対して高温側に移行することが示されていることから Si 添加による脆化傾向があるのに対し、Fe-Ni 合金は低温側に移行する傾向にあることから、き裂進展に対する挙動が両元素で異なっており、これと関係が深いと考察した。圧子直下に発生する最大せん断応力は、材料の理想強度レベルに達することが知られており、この応力レベルはき裂先端のそれに近い事が推測される。き裂先端の応力を緩和する機構において、塑性変形による緩和が容易であればあるほどき裂は進展しにくいため、 $\Delta h$  が小さいことは同一の  $P_c$  に対してエネルギー解放率が引くことを意味し、応力緩和能が低いと理解される。

H29 年度においては、TEM その場変形・計測において、Fe 基合金の測定を行った結果、超微細粒鋼においては粒界に転位が沈み込むことによって粒内の転位密度が低下する様子が観察された。超微細粒の高い強度は、密度の高い粒界の影響とされるモデルが一般的であるが、それに加えて粒界が転位のシンクサイトとして働くことにより、転位枯渇

の影響で流動応力が上昇する可能性について考察した。ナノインデンテーション解析においては、IF 鋼の粒界近傍の測定を行った結果、粒界の抵抗を検出できる可能性について明らかにした。測定で得られる荷重  $P$  - 変位  $h$  関係は、 $P$  が  $h^2$  の関数に近似できるとされており、この係数が硬さの次元と一致することから、係数を求める方法として  $P/h-h$  のプロットを用いることを考案した。この手法を用いて解析した結果、粒界付近で係数が上昇する傾向が確認され、一方で粒内ではそのような挙動が観られなかったことから、係数の変化が粒界に依る変形抵抗を反映していると考察した。係数の変化率が変形抵抗に関係すると推測され、粒界の幾何学的条件や偏析・析出などの化学的条件などによってこの係数が異なることが検出できれば、粒界性格と力学挙動の関係の明確化につながると期待される。一方、粒界直上からの圧入負荷についても実験を開始しており、塑性変形開始挙動に対応する pop-in 荷重の値が粒界性格によって影響を受けると推察される。これら 2 つの効果は定量化できれば、粒界における変形抵抗としての働きと変形を促進する働きを区別して評価することが可能である。

#### 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文](計 8 件)すべて査読有

1. T.H. Man, T.W. Liu, D.H. Ping, T. Ohmura: “TEM investigations on lath martensite substructure in quenched Fe-0.2C alloys”, Mater. Character., **135**, (2018) 175-182.
2. N. Sekido, T. Ohmura, J.H. Perepezko: “Mechanical properties and dislocation character of YB4 and YB6”, Intermetallics, **89**, (2017) 86-91.
3. S. Araki, K. Fujii, D. Akama, T. Tsuchiyama, S. Takaki, T. Ohmura, J. Takahashi: “Effect of low temperature aging on hall-petch coefficient in ferritic steels containing a small amount of carbon and nitrogen”, Journal of the Iron and Steel Institute of Japan, **103**, (2017) 491-497.
4. N. Sekido, T. Ohmura, K. Tsuzaki: “Application of Radio Frequency Glow Discharge Sputtering for Nanoindentation Sample Preparation”, J. Mater. Eng. Performance, **3**, (2017) 1-6.
5. Y.-C. Hsieh, L. Zhang, T.-F. Chung, Y.-T. Tsai, J.-R. Yang, T. Ohmura, T. Suzuki: “In-situ transmission electron microscopy investigation of the deformation behavior of

- spinodal nanostructured  $\delta$ -ferrite in a duplex stainless steel“, Scripta Mater., **125**, (2016) 44-48.
6. S. Ogara, Y. Mine, K. Takashima, T. Ohmura, H. Shuto, T. Yokoi: “Quantification of large deformation with punching in dual phase steel and change of its' microstructure - Part III: Micro-tensile behavior of pre-strained dual-phase steel”, Journal of the Iron and Steel Institute of Japan, **102**, (2016) 260-267.
  7. T. Yokoi, H. Shuto, K. Ikeda, N. Nakada, T. Tsuchiyama, T. Ohmura, Y. Mine, K. Takashima: “Quantification of large deformation with punching in dual phase steel and change of its' microstructure - Part I: Proposal of the quantification technique of the punching damage of the dual phase steel”, Journal of the Iron and Steel Institute of Japan, **102**, (2016) 244-252.
  8. Y.-J. Zhang, G. Miyamoto, K. Shinbo, T. Furuhashi, T. Ohmura, T. Suzuki and K. Tsuzaki: “Effects of Transformation Temperature on VC Interphase Precipitation and Resultant Hardness in Low Carbon Steels”, Acta Mater., **84**, (2015) 375-384.
- 〔学会発表〕(計 15 件)
1. 大村孝仁: 「局所力学解析による転位の集団運動と間欠塑性現象のモデル化」, 日本金属学会 2018 年春期大会, 2018.3, 千葉 (基調講演)
  2. T. Ohmura: “Advanced Nano-mechanical Characterization for Better Performance in Structural Materials”, 19th International Conference on Nanotechnology and Expo, 2017.11, Atlanta, USA (Invited)
  3. T. Ohmura: “Nano-mechanical characterization of steels through Nanoindentation and TEM in-situ straining”, The 3rd East-Asia Microscopy Conference, 2017.11, Busan, Korea (Invited)
  4. 大村孝仁: 「ナノインデンテーション法による機械的特性評価と力学挙動解析」 2017 年度日本金属学会関東支部講習会, 2017. 9, 東京 (招待講演)
  5. 大村孝仁: 「圧入変形による理想強度レベルの塑性変形挙動解析」, 金属塑性の理解とモデリング, 2017.8, 米沢 (招待講演)
  6. T. Ohmura: “Advanced Nano-mechanical Characterization of bcc Irons for Better Performance in Structural Materials”, FiMPART, 2017.7, Bordeaux, France (Invited)
  7. T. Ohmura: “ Collective Motion of Dislocation Associated with Local Plasticity Initiation and Macroscopic Properties in bcc Fe Alloys”, MS&T 2016, 2016. 10, Salt Lake City, USA (Invited)
  8. T. Ohmura: “ Advanced Nano-mechanical Characterization of bcc Irons for Better Performance in Structural Materials”, Thermec 2016, 2016.5, Graz, Czech Republic (Invited)
  9. T. Ohmura: “ Advanced nano-mechanical characterization of bcc irons for better performance in structural materials”, International Symposium on Plasticity, 2016. 1, Hawaii, USA (Keynote)
  10. T. Ohmura, L. Zhang, T. Suzuki and N. Sekido: “Nano-mechanical Testing and Dislocation Motion in BCC Iron”, The Fifth International Indentation Workshop, 2015. 11, Dallas, USA
  11. T. Ohmura: “Direct observation of dislocation motion and related nano-mechanical behavior in bcc iron”, MS&T, 2015. 10, Columbus, USA (Invited)
  12. T. Ohmura, L. Zhang, T. Suzuki and N. Sekido: “Advanced Nano-mechanical Characterization of BCC Irons for Better Performance in Structural Materials”, 2015 NIMS-NTU Joint Workshop, 2015. 9, Taiwan (Invited)
  13. 大村孝仁, 張 鈴, 鈴木 拓哉, 関戸 信彰: 「インデンテーションの TEM その場観察」, 日本鉄鋼協会 第 4 回鉄鋼科学セミナー, 2015. 8, 東京(Invited)
  14. T. Ohmura, L. Zhang, T. Suzuki and N. Sekido: “Dislocation motion and related nano-mechanical behavior in bcc iron”, ICSMA 17, 2015. 8, Brno, Czech Republic
  15. T. Ohmura, L. Zhang, T. Suzuki and N. Sekido: “Nano-mechanical testing and characterization of dislocation motion in bcc metals”, International Workshop on Materials Behavior at the Micro- and Nano-Scale, 2015. 6, Xi'an, China. (Invited)

〔図書・解説〕(計 3 件)

1. 大村孝仁: 「ナノインデンテーション法による表面の機械的特性評価技術」, トライボロジー, 新樹社, 353, (2017) pp. 35-37.
2. 大村孝仁: 「界面制御による構造材料・構造体の高信頼性化」, 金属, アグネ, 87, (2017) 3.
3. 大村孝仁, 原徹, 渡邊育夢: 「界面の微視的組織・力学解析とマクロ特性予測」, 金属, アグネ, 87, (2017) 37.

## 6 . 研究組織

### (1)研究代表者

大村 孝仁 (Takahito Ohmura)  
国立研究開発法人 物質・材料研究機構  
構造材料研究拠点  
副拠点長  
研究者番号: 40343884

### (2)研究分担者

関戸 信彰 (Nobuaki Sekido)  
国立研究開発法人 物質・材料研究機構  
構造材料研究拠点  
主任研究員  
研究者番号: 10462516

井 誠一郎 (Seiichiro Ii)  
国立研究開発法人 物質・材料研究機構  
構造材料研究拠点  
主幹研究員  
研究者番号: 60435146