

平成 30 年 6 月 21 日現在

機関番号：15201

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2015～2017

課題番号：15K14109

研究課題名(和文)高エネルギー転位導入によるアルファ鉄系材料の新しい強化原理の開拓

研究課題名(英文) New strengthening mechanism of alpha-iron based materials by introduction of high-energy dislocations

研究代表者

荒河 一渡 (Arakawa, Kazuto)

島根大学・総合理工学研究科・准教授

研究者番号：30294367

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,000,000円

研究成果の概要(和文)：従来、アルファ鉄系材料の塑性変形は、バーガースベクトルが $1/2\langle 111 \rangle$ の転位によって担われると考えられてきた。一方、「高エネルギー転位」である $\langle 100 \rangle$ 転位は、安定には導入できない転位として無視されてきた。しかし、主な転位の種類を $\langle 100 \rangle$ 転位に変えることによって、鉄を強化できると期待される。

本研究では、 $\langle 100 \rangle$ 転位を利用した鉄系材料の全く新しい強化原理を開拓することを目的とした。このために、 $\langle 100 \rangle$ 転位を主な転位源として優先的に導入するための条件を探索した。

研究成果の概要(英文)：It has been recognized that plastic deformation of alpha-iron based materials is governed by dislocations with the Burgers vector of $1/2\langle 111 \rangle$. In contrast, “high-energy” $\langle 100 \rangle$ dislocations have been ignored because of their instability. However, it is expected that alpha-iron based materials can be strengthened by replacement of major dislocations with $\langle 100 \rangle$ dislocations.

In the present study, we have aimed at opening up a new strengthening mechanism by $\langle 100 \rangle$ dislocations. For this purpose, we explored conditions for introduction of $\langle 100 \rangle$ dislocations as major dislocations.

研究分野：格子欠陥

キーワード：転位 材料強化 鉄鋼 電子顕微鏡

1. 研究開始当初の背景

金属の塑性変形は、しばしば線状の結晶格子欠陥である転位の生成と移動によって担われる。したがって金属を強化するには、基本的には転位を動きにくくすればよい。

従来、アルファ鉄系材料の塑性変形は、バーガース・ベクトルが $1/2\langle 111 \rangle$ の転位によって担われると考えられてきた。一方、「高エネルギー転位」である $\langle 100 \rangle$ 転位は、安定には導入できない転位として無視されてきた。

2. 研究の目的

$\langle 100 \rangle$ 転位は、 $1/2\langle 111 \rangle$ 転位に比べて移動度が極めて低く動きにくいと考えられるため、主な転位の種類を $\langle 100 \rangle$ 転位に変えることのみによって、鉄を強化できると期待される。

本研究では、 $\langle 100 \rangle$ 転位を利用した鉄系材料の全く新しい強化原理を開拓することを目的とする。このために、 $\langle 100 \rangle$ 転位を主な転位源として優先的に導入するための条件を探索した。また透過電子顕微鏡 (TEM) 観察によって、 $\langle 100 \rangle$ 転位の挙動を明らかにすることを目的とした。本研究は、最も重要な構造材料の一つであるフェライト鋼材料の革新的な改良の基盤となるものである。

ここでは、本研究により得られた代表的な成果を示す。

3. 研究の方法

(1) 鉄への $\langle 100 \rangle$ 転位導入の試み

ここでは $\langle 100 \rangle$ 転位による鉄の新たな強化機構の開拓を目指して、まずは様々な方法によって「高エネルギー転位」である $\langle 100 \rangle$ 転位を優先的に鉄中へ導入し得るか否かを試みた。

試料には、高純度鉄 (99.998 wt.%) を用いた。ブロック状の試料を圧延により厚さ 0.1 mm 以下に薄膜化し、約 800 °C での水素焼鈍により結晶粒の粗大化と転位密度の低減化を施した。

転位の導入方法としては、圧縮、引張変形および高エネルギー電子照射を試みた。それらの条件は次のとおりである。

圧縮変形は、広島工業大学 衝撃圧縮装置を用いて、室温で変形速度 3×10^3 m/s でおこなった。

引張変形は、ハンドメイドの加熱炉内引張試験器を用いて、室温および 600 °C で変形速度 7×10^{-6} m/s でおこなった。

高エネルギー電子照射は、大阪大学 超高压電子顕微鏡 (H-3000) を用いて、TEM 薄膜に対して、加速電圧 2000 kV、照射強度 1×10^{23} e/m²・s、照射温度 室温 ~ 400 °C の範囲でおこなった。

こうして導入された転位を汎用 TEM により観察して、転位の回折コントラストからそれらのバーガース・ベクトルを決定した。

(2) 鉄における $\langle 100 \rangle$ プリズマティック転位ループの挙動

プリズマティック転位ループは、塑性変形、急冷、高エネルギー粒子照射等の様々な過程において、過飽和点欠陥の板状集合等によって形成される主要な格子欠陥である。

ここでは、鉄における $\langle 100 \rangle$ 転位ループの挙動に関する研究成果を報告する。

試料には、超高純度鉄 (RRR: 8000) の TEM 薄膜を用いた。 $\langle 100 \rangle$ 転位ループの導入は、大阪大学 超高压電子顕微鏡 (H-3000) 内での 2000 keV 電子照射 - 自己格子間原子生成・集合によって行った。転位ループの挙動のその場観察には、新たな点欠陥の生成を伴わない汎用の 200 kV TEM を用いた。転位ループを駆動し得る外部応力が印加されない条件で、試料の加熱下での転位ループの挙動を観察およびビデオ記録した。

4. 研究成果

(1) 鉄への $\langle 100 \rangle$ 転位導入の試み

室温における圧縮変形では、導入されたほぼ全ての転位が $1/2\langle 111 \rangle$ 転位であった。

室温における引張変形においても、導入されたほぼ全ての転位が $1/2\langle 111 \rangle$ 転位であった。これに対して、600 °C における引張変形では、 $\langle 100 \rangle$ 転位が主な転位として存在する領域が見出された。

高エネルギー電子照射では、実験をおこなった全照射温度範囲において、はじき出しにより生成される自己格子間原子の集合体であるプリズマティック転位ループが形成された。照射温度 400 °C では、形成される転位ループは全てそのバーガース・ベクトルが $\langle 100 \rangle$ であった。それらの転位ループは自己格子間原子の吸収によって成長して、それぞれの長さがミクロンスケールの $\langle 100 \rangle$ 転位組織を形成した。

以上のことから、比較的高温における変形および高エネルギー電子照射によって「高エネルギー転位」である、 $\langle 100 \rangle$ 転位を優先的に鉄中へ導入し得ることを明らかにした。

本研究における成果を踏まえて今後、 $\langle 100 \rangle$ 転位のより効率的な導入方法を探索すると共に、 $\langle 100 \rangle$ 転位による機械的性質への影響を明らかにする必要がある。

(2) 鉄における $\langle 100 \rangle$ プリズマティック転位ループの挙動

温度約 780 K 以上で、ほぼ孤立した $[100]$ 転位ループが、そのバーガース・ベクトルに平行な方向へ一次元すべり運動するとともにバーガース・ベクトルに垂直な方向への上昇運動を行う様子を観察できた。運動の向きは、ランダムに変化した。この転位ループの運動の解析から、一次元すべり拡散係数および二次元上昇運動拡散係数を評価できた。このような実験結果と理論計算との定量的な比較によって、転位ループの二次元上昇運動拡散は、点欠陥の吸放出を伴わない“自己”

上昇運動によることを明らかにできた。

5 . 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 3 件)

- (1) K. Arakawa, T. Amino, H. Yasuda and H. Mori: “<110> Dislocation Junction Formation via the Coalescence between Nanoscale $1/2\langle 111 \rangle$ Prismatic Dislocation Loops in Iron”, **ISIJ International**, 57, 2065-2069 (5 pages) (2017). 査読有 . <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2017-173>
- (2) T.D. Swinburne, K. Arakawa, H. Mori, H. Yasuda, M. Isshiki, K. Mimura, M. Uchikoshi, and S.L. Dudarev: “Fast, Vacancy-free Climb of Prismatic Dislocation Loops in Bcc Metals”, **Scientific Reports**, 6, 30596 (8 pages) (2016). 査読有. doi:10.1038/srep30596
- (3) R. Alexander, M.-C. Marinica, L. Proville, F. Willaime, K. Arakawa, M.R. Gilbert, and S.L. Dudarev: “Ab initio Scaling Laws for the Formation Energy of Nanosized Interstitial Defect Clusters in Iron, Tungsten and Vanadium”, **Physical Review B**, 94, 024103 (15 pages) (2016). 査読有 . doi.org/10.1103/PhysRevB.94.024103

〔学会発表〕(計 24 件)

- (1) 荒河一渡: “TEM による微小格子欠陥研究における高純度金属の重要性”, 日本鉄鋼協会 評価分析解析部会「材料中の微量元素の役割の評価」(2017/11/20, 東北大学多元物質科学研究所, 仙台) 招待講演.
- (2) Kazuto Arakawa: “Dynamic Properties of Radiation-Produced Defects in Metals: In-situ Transmission Electron Microscopy Studies”, The 18th International Conference on Fusion Reactor Materials (ICFRM-18) (2017/11/5-2017/5/10, Link Station Hall Aomori, Aomori, Japan) 基調講演.
- (3) 荒河一渡: “金属における格子欠陥の高温挙動の透過型電子顕微鏡法による研究”, 日本金属学会・日本鉄鋼協会 中国四国支部 第 129 回金属物性研究会「高温材料用金属材料の展望」(2017/10/20, くにびきメッセ, 松江) 招待講演.
- (4) 荒河一渡, 蔭山彰良, 廣嶋秀斗, 保田英洋, 深井有: “鉄における水素誘起キャビティの動的挙動の TEM 観察”, 日本顕微鏡学会(第 73 回)学術講演会・金属(2017/05/30-2017/06/01, 札幌コンベンションセンター, 札幌).

- (5) Kazuto Arakawa: “In-situ TEM of Dynamics of Radiation-Produced Defects in Metals”, Third International Workshop on Models and Data for Plasma-Material Interaction in Fusion Devices (MoD-PMI 2017) (2017/5/22-2017/5/24, Forschungszentrum Jülich, Jülich, Germany) 招待講演.
- (6) 荒河一渡: “鉄におけるナノ転位ループの二次元上昇運動 (climb) 拡散”, 日本鉄鋼協会 第 173 回春季講演大会 (2017/3/15-2017/3/17, 首都大学東京, 東京).
- (7) 荒河一渡: “超高压電子顕微鏡による金属中の点欠陥挙動の抽出”, 共用・計測合同シンポジウム 先端計測研究と共用推進による材料イノベーション (2017/3/9-2017/3/9, 物質・材料研究機構, つくば) 招待講演.
- (8) 荒河一渡: “金属における微小格子欠陥挙動の観測”, 文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム事業 大阪大学微細構造解析プラットフォーム 平成 28 年度 第 2 回地域セミナー 超高压電子顕微鏡による微細構造解析と材料科学研究 (2016/12/21-2016/12/21, 千里ライフサイエンスセンター, 豊中) 招待講演.
- (9) 荒河一渡: “金属における格子欠陥の動的挙動の TEM 観測”, 日本顕微鏡学会 第 59 回シンポジウム「今こそ形態学 - 顕微鏡、その始まりから最先端へ - 」(2016/11/18-2016/11/19, 帝京平成大学, 東京) 招待講演.
- (10) Kazuto Arakawa, Shigeo Arai, Cosmin Marinica, Estelle Meslin, François Willaime, Takafumi Amino, Pär Olsson, Sergei Dudarev, Yonfeng Zhang, Hidehiro Yasuda, Hirotaro Mori, Yoshifumi Oshima, Yuta Yamamoto, Nobuo Tanaka: “Direct HRTEM Observation of the Clustering Process of Self-Interstitial Atoms in Iron”, 8th International Conference on Multiscale Materials Modeling (MMM 2016), Modeling Transport and Phase Transformations Driven by Irradiation, Electrochemical and Mechanical Forces (2016/10/9-2016/10/14, Palais des Congrès, Dijon, France) 招待講演.
- (11) 荒河一渡, 蔭山彰良, 廣嶋秀斗, 保田英洋, 深井有: “鉄における水素誘起キャビティの挙動の TEM 観測”, 日本鉄鋼協会「水素脆化の基本要因と特性評価」

研究会 中間報告会 シンポジウム
(2016/9/21-2016/9/23, 大阪大学, 豊中).

- (12) K. Arakawa: “In-situ TEM Studies of Dynamics of Lattice Defects in Metals”, 9th Pacific Rim International Conference of Advanced Materials and Processing (PRICM 9), Materials Characterization and Evaluation (2016/8/1-2016/8/5, Kyoto International Conference Center, Kyoto, Japan) 招待講演.
- (13) 荒河一渡: “水素関連欠陥の構造と挙動の TEM 観測”, 軽金属学会 水素と力学特性研究部会 第 4 回研究会 (2016/7/29-2016/7/29, 大阪大学, 豊中) 招待講演.
- (14) K. Arakawa: “TEM of Dynamics of Radiation-Produced Defects in Metals: Comparison with Simulations”, The 13th Computer Simulation of Radiation Effects in Solids (COSIRES 13) (2016/6/19-2016/6/24, Loughborough University, Loughborough, Leicestershire, UK) 招待講演.
- (15) K. Arakawa: “Studies on Dynamic Behaviors of Lattice Defects using Transmission Electron Microscopy”, 14th International Workshop on Slow Positron beam Techniques & Applications (SLOPOS 14) (2016/5/22-2016/5/27, Matsue, Japan) 基調講演.
- (16) 荒河一渡: “金属中の照射誘起欠陥の挙動の TEM による抽出”, 第 28 回 CCSE ワークショップ - 原子力材料における計算科学研究と原子スケールモデリングによる新展開 - (2016/3/29-2016/3/29, 東京大学柏の葉キャンパス駅前サテライト) 基調講演.
- (17) 荒河一渡: “水素関連欠陥の構造と挙動の TEM 観測”, 日本鉄鋼協会 評価・解析・分析部会「鋼中水素分析」フォーラム (2016/2/3-2016/2/3, 日本鉄鋼協会会館) 招待講演.
- (18) K. Arakawa: In-Situ TEM of Dynamics of Lattice Defects, International Symposium on Advanced In Situ Electron Microscopy (2015/12/8-12/9, AIMR, Tohoku University) 招待講演.
- (19) K. Arakawa: “TEM of Irradiation Damage: Electron Irradiation (& Ion Irradiation)”, Workshop on Irradiation Effects in Nuclear Materials (2015/9/23-25, Oxford University, UK) 基調講演.

- (20) 荒河一渡: “水素関連欠陥の構造と挙動の TEM 観測”, 日本鉄鋼協会「水素脆化の基本要因と特性評価」研究会・「水素脆化の基本要因、解析と評価」シンポジウム (2015/9/17, 九州大学).
- (21) 清水小百合、小松正雄、保田英洋、森博太郎、荒河一渡: “鉄中への高エネルギー転位導入の試み”(優秀学生賞受賞), 日本金属学会中国四国支部第 55 回講演大会 (2015/8/19-20, 広島工業大学, 廿日市).
- (22) 荒河一渡: “電子顕微鏡を用いた転位挙動の直接観測”, 日本金属学会・日本鉄鋼協会 中国四国支部 第 122 回金属物性研究会「金属に含まれる転位組織と運動解析の最前線」(2015/6/27, 島根大学) 招待講演.
- (23) 荒河一渡: “水素関連欠陥の構造とダイナミクスの TEM 観測”, 日本鉄鋼協会「水素脆化の基本要因と特性評価」研究会 (2015/5/25, 上智大学) 招待講演.
- (24) K. Arakawa: “TEM Studies on Dynamics of Small Defects in Metals: Comparison with Simulations”, MRS Spring Meeting 2015 (2015/4/6-10, San Francisco, USA) 招待講演.

〔図書〕(計 0 件)

〔産業財産権〕

○出願状況(計 1 件)

名称: アルファ鉄系材料、及び、アルファ鉄系材料の製造方法、並びに、アルファ鉄系材料の高強度化方法
発明者: 荒河一渡
権利者: 国立大学法人島根大学
種類:
番号: 特願 2016-022693
出願年月日: 2016 年 2 月 9 日
国内外の別: 国内

6. 研究組織

(1)研究代表者

荒河 一渡 (ARAKAWA, Kazuto)
島根大学・総合理工学研究科・准教授
研究者番号: 30294367

(2)研究分担者

(3)連携研究者

田中 信夫 (TANAKA, Nobuo)
名古屋大学・エコトピア科学研究所・教授
研究者番号: 40126876

小松 正雄 (KOMATSU, Masao)
広島工業大学・工学研究科・教授
研究者番号：80309616

佐野 智一 (SANO, Tomokazu)
大阪大学・工学研究科・准教授
研究者番号：30314371