

平成 22 年 6 月 17 日現在

研究種目：基盤研究（A）

研究期間：2007～2009

課題番号：19206076

研究課題名（和文）転位構造の広域SEM観察および破壊評価モデルの再構築

研究課題名（英文）Wide-area SEM observation of dislocation structures and the restructuring of fracture estimation model

研究代表者

橋本 敏 (HASHIMOTO SATOSHI)

大阪市立大学・大学院工学研究科・教授

研究者番号：50127122

研究成果の概要（和文）：

走査型電子顕微鏡を用いて表面近傍の転位を観察することが出来る Electron Channelling Contrast Imaging(ECCI)法，および結晶方位を解析できる Electron Backscatter Diffraction(EBSD)法を併用して，種々の条件で破壊した金属材料の微視的構造を分析し，破壊原因を評価する手法，およびき裂伝ば経路とき裂発生箇所を決定する因子を金属学的な観点から調査した．また，超微細結晶材料についてもこれらの電子顕微鏡法を用いて疲労損傷を評価することができた．

研究成果の概要（英文）：

Microstructures of metallic materials fractured under various conditions were analyzed using the electron channelling contrast imaging (ECCI) technique which enables us to observe dislocation in a scanning electron microscope, and the electron backscatter diffraction (EBSD) technique. Based on the microstructure analyses, we developed the method to determine fracture process, and investigated factors which determine crack propagation path and crack initiation site. Fatigue damage of ultrafine-grained materials could also be estimated with these techniques.

交付決定額

(金額単位：円)

|        | 直接経費       | 間接経費       | 合計         |
|--------|------------|------------|------------|
| 2007年度 | 28,600,000 | 8,580,000  | 37,180,000 |
| 2008年度 | 5,000,000  | 1,500,000  | 6,500,000  |
| 2009年度 | 5,000,000  | 1,500,000  | 6,500,000  |
| 年度     |            |            |            |
| 年度     |            |            |            |
| 総計     | 38,600,000 | 11,580,000 | 50,180,000 |

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学・構造・機能材料

キーワード：強度・靱性・破壊・疲労・応力腐食割れ

## 1. 研究開始当初の背景

金属の結晶に疲労変形を与えると，転位が増殖し，様々な形態に自己組織化することが種々の金属で確認されている．例えば銅単結

晶では，まず転位密度が高い部分と低い部分の2つの領域から構成されるベインとよばれる転位構造が形成される．さらに繰返し変形を与え続けると，Persistent Slip

Band(PSB)とよばれるすべり面に沿ったはしご状の転位構造がしばしば形成される。この PSB には疲労変形の大部分が局在化し、その結果粒内疲労き裂の多くはやがて PSB に沿って発生するので、転位組織と疲労破壊には密接な関わりがある。

従来、疲労変形を受けた金属の転位組織は透過型電子顕微鏡(TEM)を用いて観察されており、上記のペインや PSB などの転位構造が発見されてきた。ただし、TEM 観察では薄膜状に材料を加工しなければならないので、観察可能な領域が非常に狭くまた任意の位置をピンポイントで観察することが非常に困難という短所がある。このような装置原理上の制限は、き裂核形成などその発生場所が事前に予測困難な過程の微視的構造観察では重大な欠点といえる。

我々は TEM に代わる転位観察手法として近年報告されはじめた Electron Channeling Contrast Imaging (ECCI) 法とよばれる観察技術に着目した。この手法では SEM を用いて後方散乱電子の強度の差を検出することによって、表面近傍の転位を画像化している。SEM を用いるので、TEM のように薄膜に加工する必要がなく、広い範囲を非破壊的に転位観察できる特徴がある。観察される像は従来 TEM で観察されてきた転位構造とほぼ同じであり、ECCI 法は転位構造観察に関しては TEM の代替技術になりうる。さらに、このような ECCI 法はき裂周辺や破面直下の転位構造など今まで TEM 観察では難しかった領域の観察への展開も期待できる。

## 2. 研究の目的

(1) 腐食環境などを含む種々の条件において金属疲労や引張破壊実験を行い、破断面近傍に形成される転位組織を ECCI 法で観察し、破壊条件と形成される微視的転位組織との関係を明らかにする。その結果をもとにデータベースを構築し、従来の破面観察ではなく、破面近傍の ECCI 組織観察から破壊機構が推測できるような評価モデルを提案する。

(2) 疲労き裂伝ば試験の中断と再開と周辺の転位組織の ECCI/EBSD 解析とを繰返すことにより、き裂周辺転位組織とき裂伝ば経路との関係を明らかにし、多結晶金属材料でのき裂伝ば経路予測を目指す。

(3) 疲労変形を受けた平滑な多結晶試験片の表面を ECCI 法および EBSD 法で調査し、粒内や粒界近傍に形成される転位組織と個々の結晶方位や粒界方位関係との関連を調査し、き裂核が形成されやすい場所を特定できるような評価モデルの確立を目指す。

(4) 超微細結晶材料などの比較的新しい材料に対する ECCI 法の有用性を確認する。

## 3. 研究の方法

ECCI 観察および EBSD 分析には、JEOL JSM-6500F SEM を用いた。ECCI 観察時の加速電圧 15 kV で、照射電流はおよそ 3nA である。

(1) 破面近傍の微視的組織観察による破壊機構の推定

ECCI/EBSD 手法を用いて破断した材料の破壊の原因を調査できるかどうかを検討するために、Cu-10%Zn 合金(真鍮)を用いて、引張試験、疲労試験、応力腐食割れ試験を行った。破断面近傍の微視的組織を ECCI 法と EBSD 法によって分析し、それぞれの負荷で現れる特徴的な微視的組織を観察した。

さらに、ECCI 法を用いた微視的組織観察からき裂伝ば時に材料が受けた応力を定量的に評価することを目的として、まず銅多結晶中央切欠き試験片を用いて、応力集中を表す力学的なパラメータである応力拡大係数と破面直下に形成される転位セル組織の形態との関係を調査した。その結果をもとに、破面近傍の微視的組織観察から応力拡大係数を評価できるかどうかを調査した。

(2) き裂伝ば経路

フェライト系ステンレス鋼の Compact Tension(CT)試験片を用いて疲労き裂伝ば試験を行った。き裂伝ばと試料表面からの ECCI/EBSD 解析とを繰返すことにより、き裂近傍の転位組織、き裂が伝ばしている結晶粒および結晶粒界の結晶学的特徴を調査した。また、破断後に表面に対し垂直に試験片を切断し、試料厚さ方向のき裂伝ば経路や内部に存在していた結晶粒の方位を調査し、それらが伝ば経路に及ぼす影響を検討した。また、表面に対し平行な粒界を有する双結晶試験片も作製し、より詳細に内部結晶の影響を調査した。

(3) 疲労き裂発生箇所の推定

どのような箇所で疲労き裂が核形成されるのかを明らかにするために、銅多結晶平滑試験片に対し、疲労寿命の未満の疲労負荷を与え、その際に形成される微視的組織を結晶粒ごとに ECCI 法で観察した。結晶粒の結晶方位を別途 EBSD 法で調査することによって、き裂の核になる固執すべり帯が形成されやすい結晶の特徴を調査した。

(4) 超微細流結晶材料への適用

Equal-Channel Angular Pressing (ECAP)法で加工した銅に対し、き裂伝ば試験および疲労試験を実施し、き裂周辺などで起こる結晶粒の粗大化や転位を自己組織化を、この ECCI/EBSD 法で評価できるかどうかを調査した。

#### 4. 研究成果

##### (1) 破面近傍の微視的組織観察による破壊機構の推定

各種破壊によって生じた Cu-Zn 合金の破面付近の ECC 像および EBSD 解析の結果を Fig. 1 に示す。また破面近傍の個々の結晶粒内の平均方位からのずれ角を Fig. 2 に示す。引張破面近傍では ECC 像の白黒のコントラストが頻繁に変化し、その境界が不明瞭な組織である。また方位差が  $5^\circ$  以下の小角粒界が多く存在し、個々の結晶粒内の平均方位差は  $3^\circ < \theta < 8^\circ$  であった。疲労破壊したものは、転位壁構造、ペイン構造およびセル構造が観察され、破面近傍の個々の結晶粒内の平均方位差は  $1^\circ$  以内であった。応力腐食割れにより生じたき裂はほとんどが粒界割れで、き裂のごく近傍でも転位構造は観察されなかった。個々の結晶粒内の平均方位差は  $2^\circ$  以内であった。以上の実験結果より、引張、疲労、応力腐食割れのいずれかによって Cu-Zn 合金が破壊した場合、破面近傍の微視的組織を ECCI 観察および EBSD 解析を複合的に用いることで、破壊機構を推定することができる。

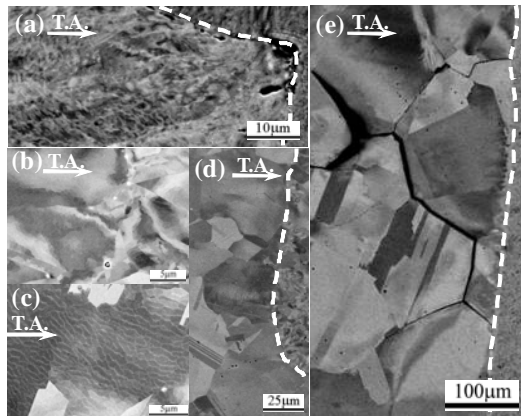


Fig.1 ECC images of the Cu-Zn specimens fractured by (a) tensile, (b)-(d) fatigue and (e) SCC tests

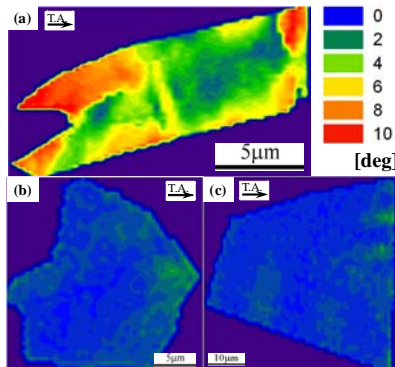


Fig.2 Map of deviation angle from a mean orientation of the Cu-Zn specimens fractured by (a) tensile, (b) fatigue and (c) SCC tests

Fig. 3 は銅 CCT 試験片の疲労き裂近傍で観察した ECC 像である。疲労き裂近傍の転位構造は破面からの距離に依存しており、破面からの距離が小さい順に、セル構造、セル+ペイン+PSB 構造、ペイン+PSB 構造が形成されていた。

転位構造の分布は切欠きからの距離に依存しており、セル構造を含む領域の大きさは、切欠きからの距離が大きくなるにしたがって増加していた。これは、き裂長さ  $a$  の増加にともなって応力拡大係数幅  $\Delta K_I$  が増加するためである。また、切欠きから十分に離れた領域では、PSB 構造は観察されなかった。

いくつかのき裂長さ  $a$  に対して、セル構造が分布する領域の大きさ  $l_c$  を測定した。  $l_c$  と  $\Delta K_I$  との関係は Fig. 4 のようになった。  $\Delta K_I$  値の増加にともなって  $l_c$  は増加しており、次の関係式を得ることができた。

$$l_c = 0.63 \Delta K_I^{3.6} \quad (1)$$

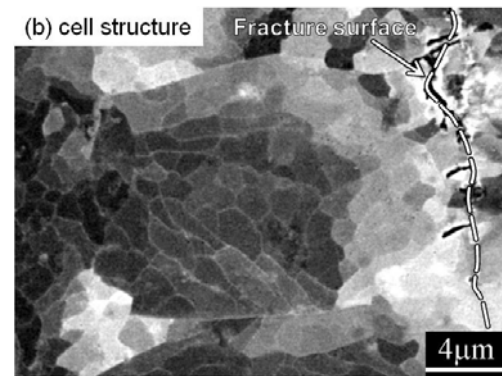


Fig.3 ECC images near the fracture surface of the CCT specimen.

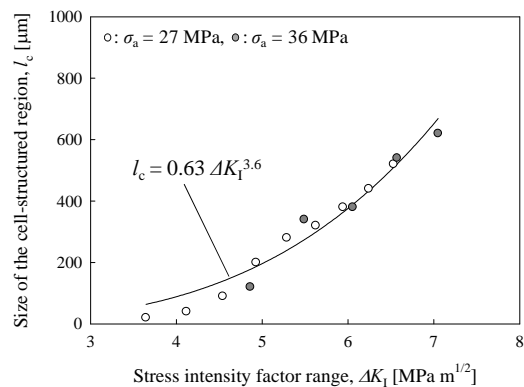


Fig.4 Relationship between the size of the cell-structured region and the stress intensity factor range, obtained in the CCT specimen.

平滑試験片の試料内部に形成された微細構造を観察するために、試料表面層を研磨によって除去し、破面近傍の微細構造を ECCI 法によって観察した。この作業を繰り返すことで、破面に沿った 42 箇所に対してセル構

造領域の大きさ  $l_c$  を測定した。CCT 試験片での疲労き裂伝ば試験で得られた式(1)に、平滑試験片で測定した  $l_c$  の値を代入し、それぞれの測定点での  $\Delta K_I$  値を評価した。Fig. 5 に  $l_c$  から評価した  $\Delta K_I$  値の等高線図を示す。破面の SE 像では右上部にストライエーションのような模様が見られたので、恐らく初期の疲労き裂は左下の角付近で発生し、右上の方向に伝ばしたと考えられる。同様に、Fig. 5 の評価した  $\Delta K_I$  値は等高線図の左下の角で低く、右上の角に近づくにしたがって増加していた。この  $\Delta K_I$  値分布は破面の SEM 観察と一致した。この分布から、き裂核形成箇所、き裂伝ば方向、負荷した応力振幅などが評価できることが示された。

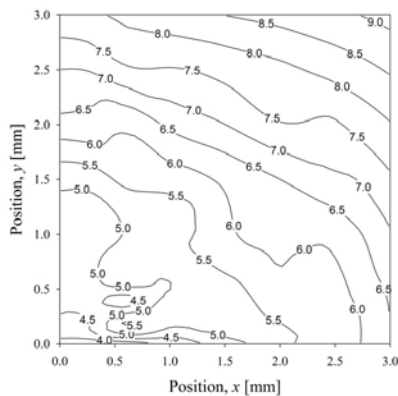


Fig.5 A contour plot of the  $\Delta K_I$  values estimated from the sizes of the cell-structured regions.

### (2) き裂伝ば経路

Fe-20%Cr 合金での疲労き裂近傍における ECC 像と逆極点図マップを Fig. 6 に示す。伝ばした疲労き裂は粒内き裂と粒界き裂に分かれており、すべり面の分離により粒内き裂は伝ばする。

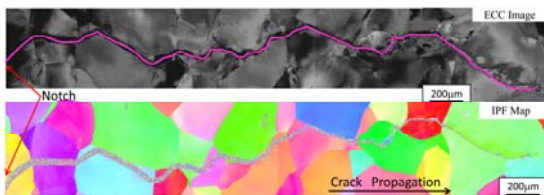


Fig.6 An ECC image and an IPF map near a notch tip of fatigued Fe-20%Cr alloy.

多結晶試験片のき裂が伝ばした結晶の粒径とき裂面のシュミット因子との関係を Fig. 7 に示す。き裂は必ずしもシュミット因子が高いすべり系に沿って伝ばしているのではなかった。Area I ではシュミット因子が高いすべり系がき裂面として選択されるが、Area II に相当するき裂では、隣接する大きな結晶粒の影響を受け、低いシュミット因子のすべり系がき裂面として選択されることが

わかった。また、Area III のき裂は材料内部に存在する大きな結晶の影響を受けていると推定された。表面に平行な粒界を有する双結晶の実験において、表面に垂直に隣接する結晶も伝ば経路に大きな影響を与えることが判明した。

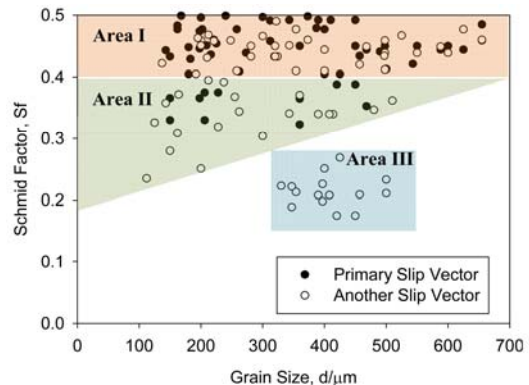


Fig.7 Relationship between Schmid factor of slip plane where fatigue cracking occurred and grain size in fatigued Fe-20%Cr alloy.

### (3) 疲労き裂発生箇所の推定

Fig. 8 は疲労寿命の 5% の疲労負荷を与えた銅多結晶を ECCI/EBSD 法で解析し、観察された転位構造ごとにシュミット因子と結晶粒径との関係をプロットしたものである。疲労寿命の 5% でも、全ての結晶で転位の自己組織化が見られる。セルやラビリンスはほとんど見られず、PSB とベイン組織が主に形成された。粒内き裂の核となる固執すべり帯は幅広い範囲に分布していた。ただし、1 mm 以上の粒径では全て PSB が形成した。転位組織ごとに算出した平均シュミット因子には大きな差はなかった。一方、固執すべり帯を含む結晶の粒径は約 2 倍で、き裂核となる固執すべり帯形成には粒径の影響が大きいと結論づけられた。

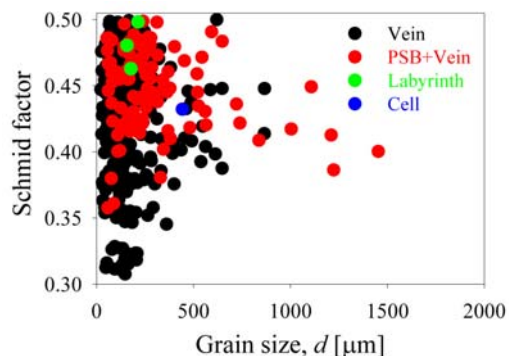


Fig.8 Relationship between grain size and maximum Schmid factor of the grains showing various dislocation structures in the copper fatigued at 80MPa stress amplitude for 5,000 cycles.



#### (4) 超微細流結晶材料への適用

超微細粒結晶銅で伝ばした疲労き裂近傍の ECC 像を Fig.9 に示す. 超微細粒銅においても, 転位の自己組織化までは確認できなかったが, ECCI/EBSD 法で微視的組織の観察は可能であった. 超微細結晶粒領域をき裂が進展する場合はき裂の進展は直線的で, またき裂周囲の結晶が少し大きく再結晶していることも分かる. 3 分間焼鈍した bi-modal 材ではき裂がジグザグに進展しますが, 微細粒の領域をき裂が好んで進むわけでは無く, むしろ粗大粒の方を進展しています. これらによってき裂の伝ば抵抗が上昇したと考えられます. さらに 10 分間焼鈍した bi-modal 材ではさらにジグザグした経路が粗大粒を中心に進展していることが分かる.

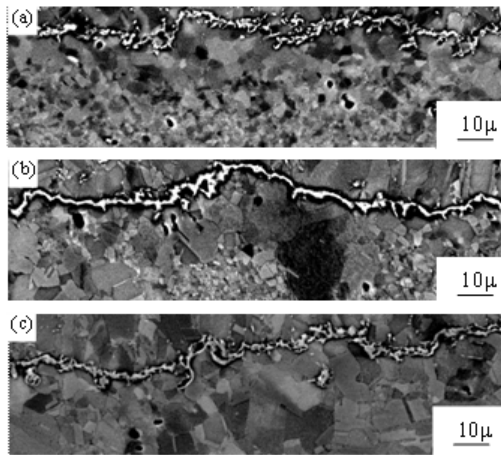


Fig.9 ECC images along fatigue cracks in (a) 8Bc UFG specimen, (b) 8Bc specimen annealed at 423K for 3min and (c) 8Bc specimen annealed at 423K for 3min.

#### 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 14 件)

1. Y. Kaneko, Y. Honda and S. Hashimoto, A Dislocation-Based Approach to Identify Fracture Process, IOP Conf.Series: Mater.Sci.Eng., 査読有, Vol. 3, 2009, 012019.
2. T. Taniguchi, Y. Kaneko and S. Hashimoto, ECCI Observations of Dislocation Structures around Fatigue Cracks in Ferritic Stainless Steel Single Crystals, 査読有, Vol. 3, 2009, 012020.
3. 谷口友厚, 兼子佳久, 橋本敏, フェライト系ステンレス鋼の変形双晶における疲労き裂核の優先的な形成, 日本金属学会誌, 査読有, Vol.73, 2009, pp.930-937
4. H. Miyamoto, A. Vinogradov, S. Hashimoto, R. Yoda, Formation of Deformation Twins and Related Shear Bands in a Copper Single Crystal

Deformed by Equal-Channel Angular Pressing for One Pass at Room Temperature, Materials Transactions, 査読有, Vol.50, 2009, pp.1924-1929.

5. A. Vinogradov, M. Maruyama and S. Hashimoto, On the role of Dislocation hardening in the monotonic and cyclic strength severely plastically deformed metals, Scripta Materialia, 査読有, Vol.61, 2009, pp.817-820.

6. Y. Estrin and A. Vinogradov, Fatigue of Ultrafine Grained Light Alloys, Int. Journal of Fatigue, 査読有, Vol.3, 2010, pp.898-907.

7. A. Nakamura, E. Tochigi, N. Shibata, T. Yamamoto and Y. Ikuhara, Structure and Configuration of Boundary Dislocations on Low Angle Tilt Grain Boundaries in Alumina, Mater. Trans., 査読有, Vol.50, 2009, pp.1008-1014.

8. A. Nakamura, E. Tochigi, N. Shibata, T. Yamamoto and Y. Ikuhara, Multiplicity of boundary dislocations on a low-angle tilt grain boundary including twist component in alumina, Materials Integration, 査読無, Vol.22, 2009, pp.57-64.

9. S. Katayama, H. Miyamoto, A. Vinogradov and S. Hashimoto, Influence of a slip plane orientation with respect to the shear plane of ECAP on microstructure of copper single crystal subject to one pressing at room temperature, Materials Science Forum, 査読有, Vols.584-586, 2008, pp. 387-392.

10. A. Vinogradov, S. Yasuoka and S. Hashimoto, On the Effect of Deformation Mode on Fatigue: Simple Shear vs. Pure Shear, Materials Science Forum, 査読有, Vols.584-586, 2008, pp. 797-802.

11. Y. Estrin and A. Vinogradov, Fatigue Behaviour of Ultrafine Grained Light Alloys, Proc.17th European Conference on Fracture, 査読有, 2008, pp.169-182.

12. Y. Kaneko, Y. Nishijima, T. Sanda and S. Hashimoto, Fatigue Life Enhancement by Surface Coating of Ni/Cu Multilayered Films, Materials Science Forum, 査読有, Vols.561-565, 2007, pp.2393-2398.

13. Y. Kaneko, M. Ishikawa and S. Hashimoto, ECCI Observation of Dislocation Structure Formed around an Intergranular Fatigue Crack in Copper, Advanced Materials Research, 査読有, Vols. 26-28, 2007, pp. 1317-1320.

14. T. Taniguchi, Y. Kaneko and S. Hashimoto, Fatigue Lives of a Ferritic Stainless Steel Containing Deformation Twins, Key Engineering Materials, 査読有, Vols.353-358, 2007, pp.283-286.

[学会発表] (計 17 件)

1. A. Vinogradov, S. Hashimoto, Enhancement of Fatigue of Ultra-Fine Grain Metals, 3rd International Conference on Bulk Nanostructured Materials (BNM-2009), 2009年9月22-26日

2. 丸山真宏, A. Vinogradov, 橋本敏, ECAP加工した銅単結晶の疲労強度における転位強化の役割, 日本金属学会 2009年秋季大会, 2009年9月17日

3. 上野正徳, Alexei Vinogradov, 橋本敏, ECAP加工された銅単結晶の繰返し軟化, 日本金属学会 2009年秋季大会, 2009年9月17日

4. 畑善貴, 兼子佳久, 橋本敏, 二相( $\alpha/\gamma$ )ステンレス鋼の繰返し変形中のマルテンサイト変態とき裂の発生, 日本金属学会 2009年秋季大会, 2009年9月17日

5. 本田恭英, 兼子佳久, 橋本敏, 疲労き裂周辺の転位構造の広域観察, 日本金属学会 2009年秋季大会, 2009年9月16日

6. 兼子佳久, 富山亮, 橋本敏, 宮本博之, Cu-10at.%Zn合金における破壊様式とき裂近傍組織との関係, 日本金属学会 2009年秋季大会, 2009年9月16日

7. A. Vinogradov, Present Understanding of Fatigue in Bulk Nano-materials, 2nd International Congress on Nanotechnologies, 2009年9月5-9日

8. 川口剛史, A. Vinogradov, 橋本敏, ECAP加工された銅の疲労き裂伝ば特性, 日本金属学会 2008年秋季大会, 2008年9月24日

9. 岸本亮, 兼子佳久, 橋本敏, ECCI法とEBSD法の援用による疲労き裂伝ばの機構の解明, 日本金属学会 2008年秋季大会, 2008年9月24日

10. 小寺澄雄, 兼子佳久, 橋本敏, Ni/Cuナノ多層膜コーティングによる疲労寿命向上に及ぼす熱処理の影響, 日本金属学会 2008年秋季大会, 2008年9月24日

11. 本田恭英, 兼子佳久, 橋本敏, 破面近傍の微視的組織のECCI観察およびEBSD分析, 日本金属学会 2008年秋季大会, 2008年9月24日

12. 丸山真宏, A. Vinogradov, 橋本敏, ECAP加工した銅単結晶の微細構造と高サイクル疲労特性, 日本金属学会 2008年秋季大会, 2008年9月24日

13. 北井則行, A. Vinogradov, 橋本敏, 超微細結晶粒チタンの疲労強度, 日本金属学会 2007年秋季大会, 2007年9月21日

14. 川口剛史, A. Vinogradov, 橋本敏, ECAP加工を行った銅の疲労き裂伝ば特性, 日本金属学会 2007年秋季大会, 2007年9月21日

15. 岸本亮, 兼子佳久, 橋本敏, Fe-20%Cr合金多結晶における疲労き裂近傍のECCI転位組織観察, 日本金属学会 2007年秋季大会, 2007年9月20日

16. 谷口友厚, 兼子佳久, 橋本敏, 変形双晶導入による疲労寿命の向上, 日本金属学会 2007年秋季大会, 2007年9月20日

17. 兼子佳久, 福井圭太, 橋本敏, 銅多結晶で形成された疲労転位組織のECCI法による広域観察, 日本金属学会 2007年秋季大会, 2007年9月20日

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

橋本 敏 (HASHIMOTO SATOSHI)  
大阪市立大学・大学院工学研究科・教授  
研究者番号: 50127122

### (2) 研究分担者

兼子 佳久 (KANEKO YOSHIHISA)  
大阪市立大学・大学院工学研究科・講師  
研究者番号: 40283098  
ビノグラドフ アレクセイ  
(VINOGRADOV ALEXEI)  
大阪市立大学・大学院工学研究科・准教授  
研究者番号: 10283102  
中村 篤智 (NAKAMURA ATSUTOMO)  
大阪市立大学・大学院工学研究科・講師  
研究者番号: 20419675

### (3) 連携研究者

宮本 博之 (MIYAMOTO HIROYUKI)  
同志社大学・理工学部・教授  
研究者番号: 10298698