

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成24年 6月12日現在

機関番号：12601

研究種目：若手研究（B）

研究期間：2010～2011

課題番号：22760533

研究課題名（和文）

EBSP-高次ラウエ帯反射を用いた高分解能その場応力解析手法

研究課題名（英文）

In-situ high-resolution strain measurement method using HOLZ line in EBSD pattern

研究代表者

井上 純哉（INOUE JUNYA）

東京大学・大学院工学系研究科・准教授

研究者番号：70312973

研究成果の概要（和文）：

近年、金属材料のさらなる高性能化を目指す上で不可欠となる極めて重要な技術として、結晶粒レベルでの不均一変形その場観測が注目されている。しかし、現存の手法では、その場観測によるひずみ計測の空間分解能は数10nmに迫っているものの、応力測定はリアルタイムの計測はおろか、その空間分解能は1 μ mのオーダーにしか達していない。そこで、本研究では、材料中の応力分布をリアルタイムで計測する事を目的に、SEM-EBSP中の高次ラウエ帯反射を用いた新たな応力計測手法の検討を行い、その有効性を示した。

研究成果の概要（英文）：

In-situ observation of local deformation behavior in polycrystalline materials at the length scale equivalent to their crystal size is getting more and more important to improve mechanical properties of structural metallic materials further. However, recent technology concerning stress measurement is far less advanced as compared to those for strain measurement, which prevents us from obtaining thorough understandings of material behaviors. In this study, we tried to develop a stress measurement technique which has spacial and temporal resolution equivalent to those provided by strain measurement techniques by using HOLZ ring in EBSP obtained by SEM.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2010年度	2,200,000	660,000	2,860,000
2011年度	1,000,000	300,000	1,300,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,200,000	960,000	4,160,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：構造・機能材料

キーワード：その場応力測定

1. 研究開始当初の背景

金属材料のさらなる高強度化と高延性化を両立する鍵として、個々の結晶粒内での不均一変形をその場観測により把握すること

が重要になってきている。しかし、現在行われている結晶粒レベルでの不均一変形その場観測では、応力計測とひずみ計測の「時空間的ミスマッチ」のため、金属材料の変形の実態を完全に解明できていない。つまり、

ひずみ計測の方法としては、走査型電子顕微鏡(SEM)を用いたスペックル法、モアレ法、画像相関法など様々に存在し、計測の空間分解能は電子線の制御分解能とほぼ同等な数10nmのオーダーにまで迫る勢いがある。しかも、いずれの手法も「計測したい領域」をピンポイントでリアルタイムに計測できるという特徴を有している。それに対し、局所応力の測定はX線回折法や放射光を用いた手法が一般的であるが、これら手法の測定精度は光学スリットの機械精度に依存し、測定分解能は平行性の高い放射光を用いても数 μm が限界となっている。その上、ひずみ計測との同時計測はほぼ不可能と言える。

これに対し近年、WilkinsonらによりSEM・電子線後方散乱像(EBSP)を用いる事で、高空間分解能で応力の相対変化を推定する手法が提案されている。しかし、この手法では応力の負荷に伴う格子定数の変化は、粒内の基準点からの相対的な変化しか計測できず、複雑な応力場における応力の絶対値の測定は出来なかった。

2. 研究の目的

本研究では、SEM-EBSP中の高次ラウエ帯(HOLZ)反射に着目し、応力テンソルの絶対値をリアルタイムに求めることが可能な汎用超高分解能応力測定手法の開発を行うことを目的とした。HOLZ線は一般的なEBSP解析やWilkinson法で用いられる低次の回折像である菊池線とは異なり、格子定数のわずかな変化に非常に敏感である事が知られている。そのため、透過型電子顕微鏡を用いた収束ビーム回折像に生じるHOLZ線に関しては、以前より局所的な応力テンソルの絶対値を高精度に求める手法として頻繁に用いられている。しかし、菊池線とは異なり、コントラストも薄く、しかも動力学的回折効果の影響が大きい為、単純なBragg条件を用いた解析ができない。そこで本研究では、SEM-EBSP中に生じるHOLZ線を効率的に抽出する手法の検討、並びに応力に対するHOLZ線の変化の調査、動力学的回折効果を考慮した応力解析手法の開発という2つの研究課題を実施した。

3. 研究の方法

①HOLZ線の抽出手法の検討

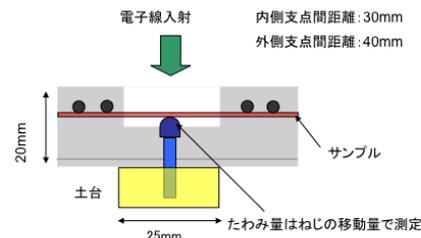
対象材料としては、温度に対する格子定数の変化が既知で、安価に入手可能な単結晶シリコンウェハを用いた。用いたシリコンウェハは板面001配向とした。使用したSEMは

電界放出型(JEOL JSM-7001FA)である。SEM内にて使用できる三点曲げ用の治具を試料ステージに導入し(図1)、ウェハに付与するたわみ量を制御することでSi中のひずみを制御した。無ひずみ状態と曲げ状態におけるEBSPを取得し、導入した動力学回折シミュレーションを併用することで、得られたEBSP中のHOLZ線の同定を行った。それぞれのHOLZ線の輝度分布からピークの位置を割り出し、ピークを通る直線を求めた。

②応力解析手法の精度検証

実験で得られたHOLZ線の交点座標と、動力学的回折シミュレーションで得られるHOLZ線の交点座標と巨視ひずみの関係とを比較することで、巨視的ひずみに対する交点間の距離の比の変化を調べ、手法の精度の検証を行った。また比較のため、同じEBSP像をWilkinson法に適用した。

(a)



(b)

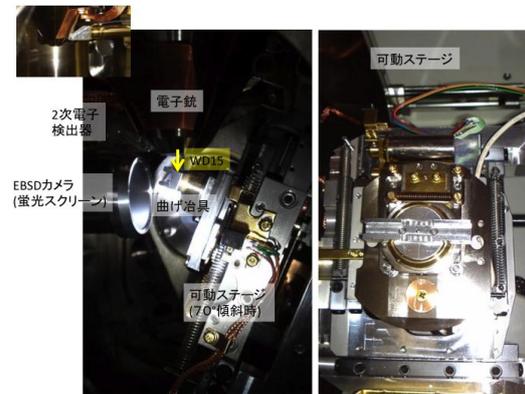


図1 SEM内に導入した治具

(a)概略図 (b)SEM内の設置状況

4. 研究成果

①HOLZ線の抽出手法の検討

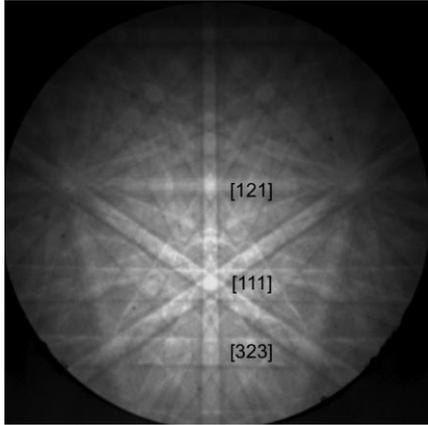


図2 001 配向シリコンウェハから得られる典型的な EBSP 像

実験で得られた EBSP 像を図2に示す。本研究では晶帯軸 $[3-23]$ 近傍に現出する HOLZ 線に着目し(図3)、各 HOLZ 線の同定を試みた。

HOLZ 線抽出の為の画像は、一般的な EBSP 像の取得よりカメラ長を延長することで、 $[323]$ 周りを拡大し結像させることで得た。無歪状態の画像を、図4(a)に示す。HOLZ 線の抽出は、コントラストを調整後、光度が最大になる点を連結することで行った。無歪状態のシリコンウェハを用いて抽出した HOLZ 線と EBSP 像を重ねたものを図4(b)に示す。十分な精度で HOLZ 線の抽出が可能であることが分かる。同様の結果は曲げ歪を付加したシリコンウェハでも得られることが確認された。

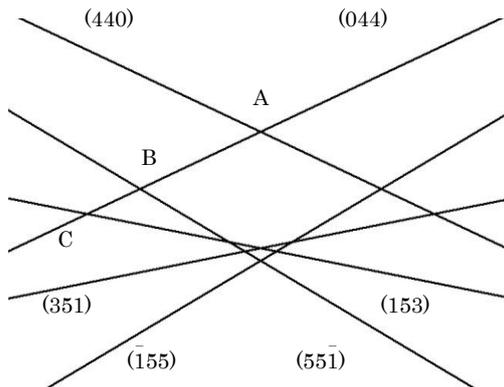


図3 晶帯軸 $[323]$ での HOLZ 線および反射面の指数

②応力解析手法の精度検証

ひずみを付加したシリコンウェハから取得された $[323]$ 周りの EBSP 像と抽出された HOLZ 線を図5に示す。ひずみは $[-101]$ 方向に

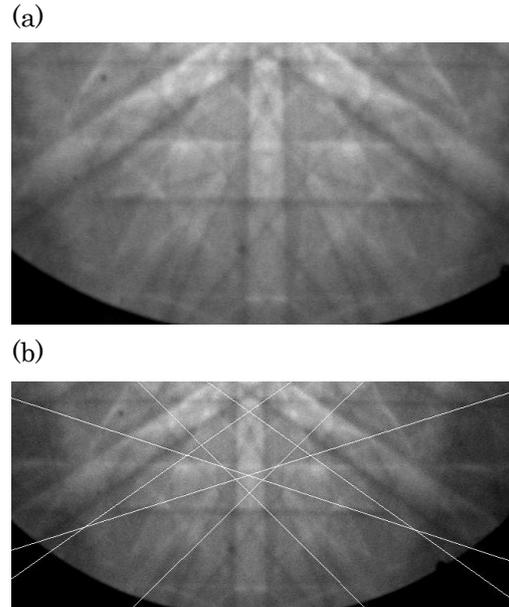


図4 無歪状態の HOLZ 線(a) $[323]$ 周りの EBSP 像(b)抽出した HOLZ 線と EBSP 像の比較。

増加、 $[101]$ 方向に減少する様に与えられているため、本来であれば $[323]$ 周りの像は左右対称に変化すべきであるが、明らかに交点 ABC は直線を維持していないことが分かる。これは、シリコンウェハを3点曲げ用治具に設置した時の設置誤差が原因と考えられた。そこで、設置方向が $[010]$ 軸周りに $0^\circ, 3^\circ, 4^\circ, 5^\circ$ とずれた状態を想定し、動力学シミュレーション

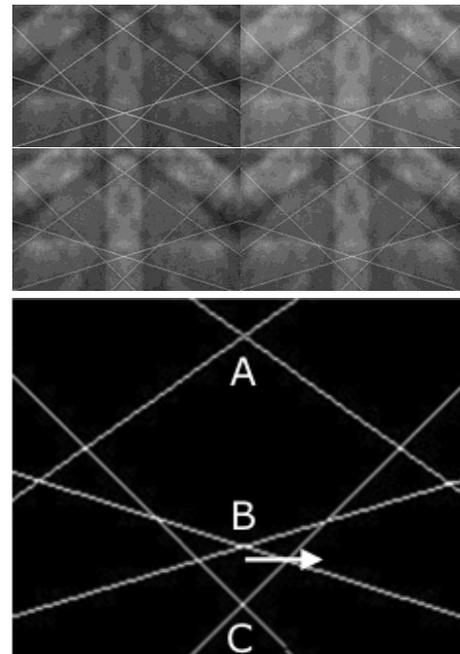


図5 ひずみの負荷に伴う HOLZ 線の変化。

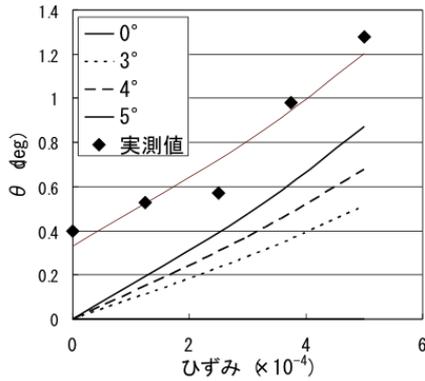


図6 試料の設置誤差を考慮したシミュレーションと実測値の比較

シミュレーションにより推定した角度 BAC と、実測値を図6に示す。図より、試験片は約 5° 傾斜していたことが分かり、 3×10^{-4} 程度のひずみが試料設置時に負荷された状態であったことが判明した。また、測定誤差は 1×10^{-4} 程度であることが判明した。

Wilkinson 法を用いた解析では、当然ではあるが設置誤差は判明せず、測定誤差も 4×10^{-4} 程度あることが確認された。

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 9 件)

- ① P. Lhuissier, J. Inoue, T. Koseki, Strain field in a brittle/ductile multilayered steel composite, Scripta Materialia, 査読有, Vol.63, 2011, 970-973
- ② M. Ojima, J. Inoue, et.al., Stress partitioning behavior of multilayered steels during tensile deformation measured by in situ neutron diffraction, Scripta Materialia, 査読有, Vol.66, 2012, 139-142

[学会発表] (計 14 件)

- ① J. INOUE, Multilayered Steel Sheets : Combination of High Stress and Formability, MRS Fall Meeting, 2010/12/1, Boston
- ② 小島真由美, 変形中その場中性子回折測定による複層鋼板の応力分配挙動解析, 鋼協会秋季講演大会, 2011/9/21, 大阪大学
- ③ M. Ojima, Stress Partitioning Behavior in BCC/FCC Multilayered Steels Measured by In Situ Neutron Diffraction

during Tensile Deformation, MS&T2011, 2011/10/18, Columbus

- ④ J. Inoue, Deformation Mechanism of Nanocrystalline Copper during Uniaxial Constant Strain Rate Test at Room Temperature, Thermec2011, 2011/8/2, Quebec
- ⑤ J. Inoue, Deformation Mechanism of Nanocrystalline Copper during Relaxation Test, TMS2012, 2012/3/14, Orlando

[図書] (計 0 件)

[産業財産権]

○出願状況 (計 0 件)

名称 :
 発明者 :
 権利者 :
 種類 :
 番号 :
 出願年月日 :
 国内外の別 :

○取得状況 (計 0 件)

名称 :
 発明者 :
 権利者 :
 種類 :
 番号 :
 取得年月日 :
 国内外の別 :

[その他]

ホームページ等

6. 研究組織

(1) 研究代表者

井上 純哉 (INOUE JUNYA)

東京大学・大学院工学系研究科・准教授

研究者番号 : 70312973

(2) 研究分担者

()

研究者番号 :

(3) 連携研究者

()

研究者番号 :