

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 5 月 23 日現在

機関番号：11301

研究種目：研究活動スタート支援

研究期間：2012～2013

課題番号：24860011

研究課題名(和文) 空孔集合体の転位に対する障壁メカニズムの解明

研究課題名(英文) Mechanisms of barrier of vacancy clusters for dislocation

研究代表者

藪内 聖皓 (Yabuuchi, Kiyohiro)

東北大学・工学(系)研究科(研究院)・助教

研究者番号：70633460

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,300,000円、(間接経費) 690,000円

研究成果の概要(和文)：本研究は、空孔集合体(ボイド)と転位との相互作用を実験的に明らかにすることを目的としている。本研究では、鉄中にボイドのみを形成させた試験片を作製し、その硬さ測定及び微細組織観察からボイドの強度因子を求めている。イオン加速器によってボイドのみを導入した純鉄のナノインデントによる硬さ評価、透過型電子顕微鏡による微細組織観察から、ボイドの強度因子は0.6であった。転位とボイドの相互作用を直接TEM内で観察した結果、ボイドの強度因子は0.8であった。2つの異なる手法から得られた強度因子が異なることは、ボイドと転位が相互作用する位置によって強度因子が変わっていることを意味している。

研究成果の概要(英文)：The objective of this study was to elucidate the interaction between vacancy clusters (void) and dislocation. In this study, pure Fe, which included only void, was made, and the strength factor of void was estimated by hardness measurement and microstructure observation. The strength factor of void estimated by hardness measurement with nanoindenter and microstructure observation with transmission electron microscope was 0.6. The direct observation of the interaction between void and dislocation revealed the strength factor of void was 0.8. The difference in the strength factor estimated by different manner meant the strength factor of void depended on the geometrical relationship between voids and dislocations.

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：ボイド 転位 強度因子 透過型電子顕微鏡 照射欠陥 照射損傷 イオン加速器

### 1. 研究開始当初の背景

照射硬化は、格子間原子や空孔などの格子欠陥の集合体や、照射によってその形成が誘起される析出物など、いわゆる照射欠陥が材料中に形成することによって引き起こされる。これら照射欠陥の硬化への寄与はオロワン機構によってよく説明されてきた。照射欠陥によってピン止めされた転位は応力が加わるにつれ大きく張り出し、最終的に障害物を乗り越える。その時の転位の張り出し角  $\theta_c$  を用いて、障害物の強さ(強度因子)は  $\alpha = \cos(\theta_c/2)$  で定義される。強度因子は定義を見て分かる通り、0 から 1 の間の値をとり、1 に近づくほど転位に対する抵抗力は大きくなる。強度因子は照射欠陥によってそれぞれ異なる値を取るため、照射欠陥ごとの強度因子を明らかにすることが必要である。

転位ループに関しては、多くの実験結果やシミュレーション結果が得られており、強度因子は  $\alpha = 0.3 \sim 0.5$  と、およそその理解が得られている。析出物に関しては、マトリックスとの剛性率の比から強度因子を決める Russel-Brown モデルがよく実験値と一致するため広く用いられている。一方、空孔集合体であるポイドについては、その強度因子がいくらになるのか、共通の理解が得られていない。理論上ポイドの強度は  $\alpha = 1$  であるという提言がされて以来、 $\alpha = 1$  が慣習的に使われてきたが、近年の実験・計算研究からは、これを否定する結果が得られている。しかしながら、実験によって求められたポイドの強度因子は、転位ループや析出物など、他の照射欠陥も含む試料を用いて求められているため、データの信頼性が低い。ポイドのみを材料中に形成させることができれば、ポイドの強度因子を正確に求めることが可能であるが、欠陥の易動度や形成エネルギーの観点からポイドのみが形成する照射条件は限られており、材料試験炉を用いた中性子照射実験では困難である。イオン加速器を用いれば照射条件のコントロールが容易であるが、得られる照射領域が試料表面のわずか数  $\mu\text{m}$  のみの領域であるため、その強度を測定することが困難という問題がある。このような問題点が、ポイドの強度因子の統一的な理解を阻んでいる。

### 2. 研究の目的

本研究の目的は、いまだ統一的な理解が得られていないポイドの強度因子を実験的に明らかにすることである。

### 3. 研究の方法

本研究では、ポイドのみを材料中に形成させ、その機械特性評価と微細組織観察から実験的にポイドの強度因子を求めることである。

供試材として純鉄(99.99%)を使用した。薄板状のプレートから直径 3mm のディスク上の試験片を打ち抜き試験片とした。試験片は

1273K で 1 時間溶体化処理を施しその後炉冷した。熱処理後、試験片表面を SiC ペーパーを用いて機械研磨を行い、最終仕上げとして 5% 過塩素酸メタノールを用いた電解研磨を施した。

材料にポイドを導入する手法としてはイオン加速器を用いた照射実験を実施した。イオン加速器は京都大学にある DuET を使用し、6.4 MeV の  $\text{Fe}^{3+}$  イオンを 673K で照射した。

照射後の硬さ測定にはナノインデントを用いた。硬さ測定は連続剛性測定法(CSM)により実施した。

照射後試験片について、透過型電子顕微鏡(TEM)による微細組織観察を実施した。TEM 観察用薄膜は、電解研磨による手法と FIB を用いた手法の 2 つの手法により作製した。

### 4. 研究成果

図 1 にナノインデントによる硬さ試験の結果を示す。押しこみ深さが増えるにつれ、

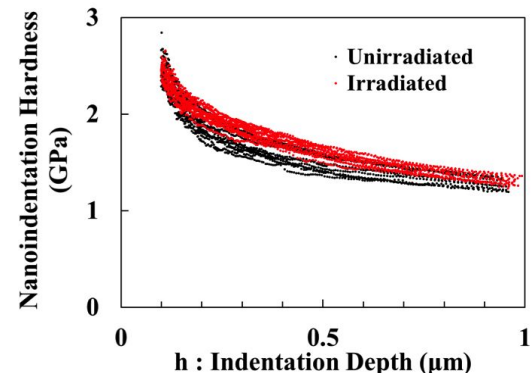


図 1 ナノインデント硬さの押し込み深さ依存性

測定硬さが減少するインデントサイズエフェクト(ISE)が観察された。ISEの影響を取り除くため、Nix-Gao モデルによる評価を実施した。Nix-Gao モデルを適用した結果を図 2 に示す。本図の矢印で示すよう

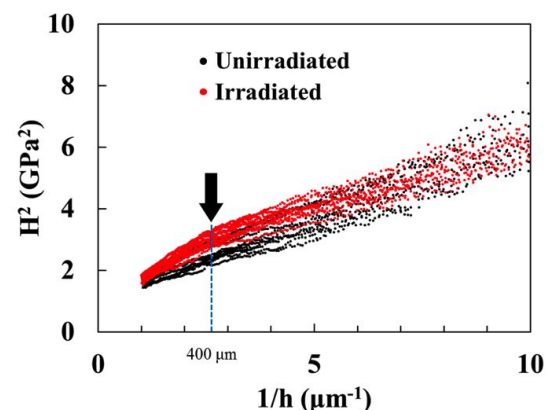


図 2 ナノインデント硬さに Nix-Gao モデルを適用した結果

に、イオン照射材において傾きの変化が見られるこのような現象は、試料表面領域に試料内部よりも硬い領域が存在する場合に観察され、背面効果として知られている。つまり、

図2で観察された傾きの変化は、イオン照射によって試料表面の照射領域が硬化していることを示している。

図3に照射後試験片の試料表面から600 nmの領域の微細組織を示す。この領域ではボイド

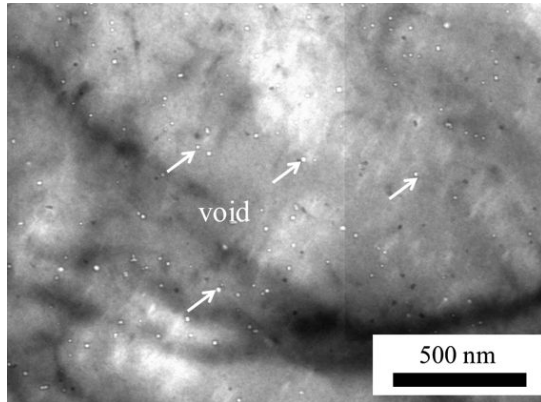


図3 試料表面から600 nmの領域における微細組織

ドのみが観察され、ウィークビーム法により転位ループが存在しないことを確認した。ボイドの数密度は  $2 \times 10^{20} \text{ m}^{-3}$ 、平均ボイド径は13 nmであった。

図4に照射方向断面の微細組織観察結果を示す。図中の赤線はSRIMコードで計算した損傷量分布を示している。

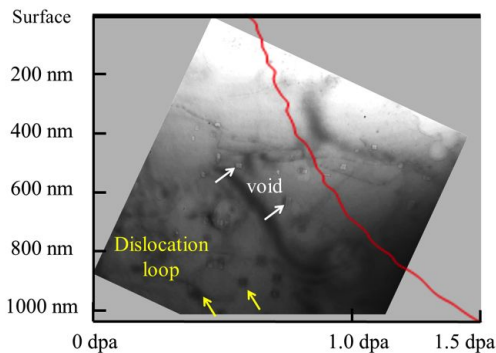


図4 照射方向断面の微細組織観察結果

試料表面から800 nmの領域ではボイドのみが観察され、それより深い領域では転位ループも観察された。

ボイドのみが存在している領域の硬さを評価するため、圧子によるひずみ領域がどの程度広がっているかを評価し、用いる押しこみ深さについて検討した結果、押しこみ深さ160 nmまでのプロットを用いることが適当であることが分かった。そこで、押し込み深さ160 nmまでのデータを用いてボイドのみが存在している領域のバルク相当硬さを算出し、TEMによって観察されたボイドの平均サイズと数密度と合わせて以下の式を用いることでボイドの強度因子を評価した。

$$\sigma_y = M\alpha\mu b\sqrt{Nd}$$

$$\Delta\sigma_y = 3.06\Delta H_V$$

$$H_V = \left( \frac{0.8}{0.98} \right) \times 10^3 \times H_0$$

$\sigma_y$  は降伏応力 [MPa]、 $M$  はテラー因子 (3.06)、 $\alpha$  は強度因子、 $\mu$  は剛性率、 $b$  はバーガースベクトルの大きさ、 $N$  は格子欠陥の密度、 $d$  は格子欠陥のサイズ、 $H_V$  はピッカース硬さ、 $H_0$  はバルク相当硬さ [GPa] である。

上記の式より、ボイドの強度因子は0.6であることがわかった。

ボイドと転位の相互作用をTEM内で直接観察することでボイドの強度因子を算出した。照射後試験片に対して試料表面にピッカース硬さ試験機によって変形を加え、転位を導入し、その試験片を薄膜化することでTEM内で転位とボイドの相互作用を直接観察した。TEM観察の一例を図5に示す。本図に示すよ

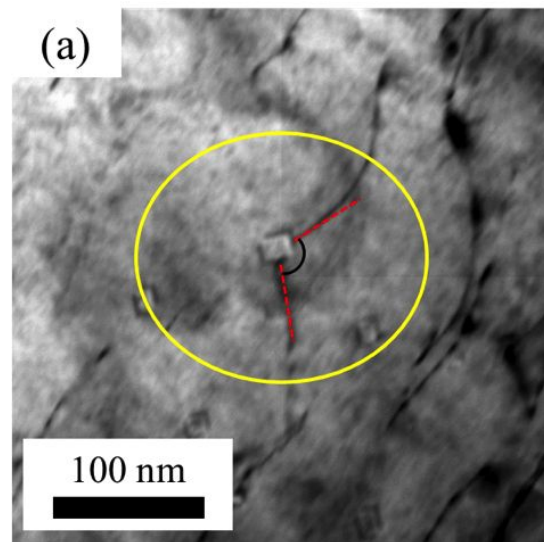


図5 転位とボイドの相互作用

うに、転位がボイドにピン止めされて大きく張り出している様子が観察される。更に応力が加えられると転位は更に張り出し、ある臨界面角  $\theta_c$  で転位を乗り越える。この時の臨界面角  $\theta_c$  を用いて障害物の強さ(強度因子)は  $\alpha = \cos(\theta_c/2)$  で定義される。

TEM像より得られるボイドと転位の臨界面角は試料の傾きや転位が運動しているすべり面の傾きなどのため見かけの臨界面角であり、実際の臨界面角の算出には、ボイドと転位の相互作用をすべり面法線方向から観察した時の角度を求める必要がある。本研究ではボイドと相互作用している転位のすべり面を  $\{011\}$  面および  $\{112\}$  面と仮定して実際の臨界面角を計算した。また本研究では、ボイドとの相互作用が観察された転位を刃状転位とらせん転位に区別し、強度因子の評価を行った。らせん転位と刃状転位の区別は次の通り行った。まず、TEM像から得られる見かけの臨界面角を二分する直線を転位のみかけの進行方向(すべり方向ベクトル)とし、実際のすべり方向ベクトルを求める。求めた実際のすべり方向ベクトルは実際の転位線ベクトルに対して垂直となっている。次に、TEM像

上における見かけのバーガスベクトルも実際のバーガスベクトルを求める。この2つのベクトルの成す角  $\theta_{sb}$  を計算し、刃状転位かららせん転位かを決定するが、ここでは、転位線ベクトルに垂直なすべり方向ベクトルとバーガスベクトルのなす角を計算していることに注意する。計算した角度  $\theta$  が  $0 < \theta_{sb} < 45$  の場合は刃状転位、 $45 < \theta_{sb} < 90$  の場合はらせん転位とした。ここで、混合転位は考えないものとした。

図5に示すように、ポイドにピン止めされる転位の張り出し角を多数測定した結果、刃状転位、らせん転位ともにその強度因子は  $\alpha = 0.8$  となった。ここで、 $\alpha = 0.8$  としている理由は、転位に応力がさらに負荷されることで観察された臨界角はより小さくなる可能性があるためである。

本研究では、2種類の異なる手法によりポイドの強度因子を算出しており、それぞれ0.6、0.8という異なる2つの値が求められた。2つの異なる手法から得られた強度因子がそれぞれ異なることは重要な意味を持っている。今回観察されたポイドは、{001}面と{011}面を持つファセットポイドである。転位がファセットポイドのどの面を切るか、ポイドの中心からどれくらい離れた部分を切るか、といったポイドと転位との位置関係によって、ポイドの転位に対する抵抗力が変わってくることを、異なる2つの強度因子は示唆している。

## 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 0件)

[学会発表](計 2件)

中井亮介, 藪内聖皓, 野上修平, 長谷川晃, "BCC 鉄の硬化に及ぼすポイドの影響", 日本金属学会 2014 春期講演大会, 東京工業大学, 2014年3月22日.

中井亮介, 藪内聖皓, 野上修平, 長谷川晃, "空孔集合体の転位に対する障壁メカニズムの解明", 日本金属学会 2013 秋期講演大会, 金沢大学, 2013年9月18日.

[図書](計 0件)

[産業財産権]

出願状況(計 0件)

取得状況(計 0件)

[その他]

ホームページ等

## 6. 研究組織

(1)研究代表者

藪内 聖皓 (YABUUCHI, Kiyohiro)