

平成 30 年 6 月 13 日現在

機関番号：17102

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2015～2017

課題番号：15H04147

研究課題名(和文)HVEMトモグラフィによる極厚マイクロ試片単結晶中の亀裂転位増殖過程の全貌解明

研究課題名(英文) Multiplication process of dislocations at a crack tip revealed by using HVEM tomography.

研究代表者

田中 将己 (Tanaka, Masaki)

九州大学・工学研究院・准教授

研究者番号：40452809

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 12,900,000円

研究成果の概要(和文)：本課題ではマイクロ片持ちはり試験によって導入したノッチ先端転位の構造を明らかにした。十分焼鈍して粒径を大きくした高窒素オーステナイトステンレス鋼中の一つの結晶粒から長方形片持ち梁試験片切り出した。集束イオンビーム法を用いてカンチレバーの根本に微小な切欠きを導入した後、ナノインデントを用いて曲げ荷重を付与した。この際の力学状況は有限要素解析により求めた。試験後ノッチ先端近傍を超高圧電子顕微鏡で観察し、発生した転位の観察を行ったところ、分解剪断応力が最も高くなるすべり面上に配列する転位列が観察されるとともに、交叉じりが観察された。

研究成果の概要(英文)：The structure of crack tip dislocations in a micro-cantilever specimen were investigated after bending tests. The micro-cantilever was machined in a grain which is in a fully annealed high nitrogen austenitic stainless steel. A notch was introduced at the root of the cantilever by using focused ion beam, then bending load was applied at the edge of the cantilever using a nano-indenter. The state of stress at the notch tip was investigated using finite element method. High-voltage electron microscopy observation revealed dislocation arrays on the slip plane on which the resolved shear stress is the highest, and cross slip of dislocations.

研究分野：結晶塑性学

キーワード：転位 破壊 亀裂

1. 研究開始当初の背景

本研究の理論的背景は、1980 年台に登場した破壊の物理にある (R. Thomson, *Solid State Physics*, Vol.39 (1986)). これにより、それまで現象論の範疇にとどまっていたマクロな破壊現象が、「転位と亀裂の相互作用力」という、ミクロな物性値によって定量的に表現できるようになった。そのような中で、研究代表者は材料の靱性向上メカニズムの解明には転位の直接観察が不可欠であるという観点から「超高压電子顕微鏡法を用いた亀裂先端転位の 3 次元構造解析」を行ってきた。更に、マクロな破壊挙動とミクロな転位運動を結びつけるために、「力学試験による靱性向上配因子の決定」を行い、異なるスケールから得られる結果を整理し、破壊抑制メカニズムの解明に努めてきた。

2. 研究の目的

本課題では、マイクロ片持ちはり破壊力学試験法と「超高压電子顕微鏡(HVEM)法」とを連携させ、マイクロ片持ちはり中の転位構造を可視化する。そのために、集束イオンビーム(FIB)法を用いて亀裂を有するマイクロ片持ちはり試験片を作製し、破壊靱性試験を行う。そして、亀裂先端近傍を選択的に薄膜化し、転位構造を明らかにする。

3. 研究の方法

本研究で用いた供試材の組成を Table 1 に示す。供試材は、Cr を 25mass%、N を 1.1mass% 含む高窒素オーステナイト鋼を用いた。

Table 1 供試材の化学組成

C	Si	Mn	P	S	Cr	N	Fe
0.002	<0.01	<0.01	<0.005	0.0004	25.11	1.1	Bal.

Fig.1 に EBSD 法により取得した板面方向の結晶方位マップを示す。200 μm を超える粗大粒から、Fig.2 で示す様に集束イオンビーム法を持って、ノッチ入り片持ち梁試験片を作製した。次に、ナノインデントを用いて、片持ち梁先端に荷重を負荷し、ノッチに転位を導入した。その後、ノッチ先端近傍集束イオンビーム法を用いて選択的に薄膜化した。次に、その領域を超高压電子顕微鏡を用いてノッチ先端を観察した。

更に、ノッチ先端の応力分布を解析するために、有限要素法解析による弾性解析を行った。なお、解析には ANSYS 16.0 を用いた。解析モデルを Fig.3 に示す。メッシュ間隔は全体で 0.5、ノッチ先端付近で 0.2 とした。要素タイプは 4 節点の 4 面体、節点数は 29213、要素数は 160494 とした。境界条件は実験と同様にするため、試験片の根本及び母材とつながっている面を完全固定とした。ヤング率は 210GPa、ポアソン比は 0.3、弾塑性解析のために入力した高窒素鋼の力学データは Fig.4 に示す別途引張試験で求めた応力-歪曲線を用

いた。

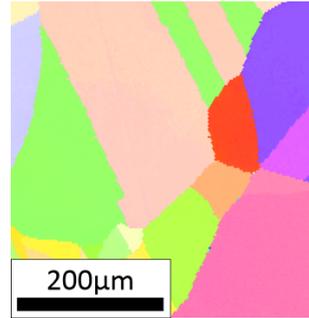


Fig.1 結晶方位マップ

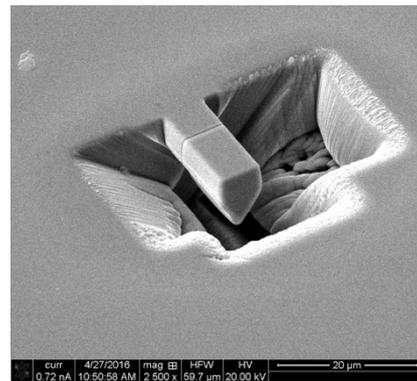


Fig.3 集束イオンビーム法で作製した微小片持ち梁試験片

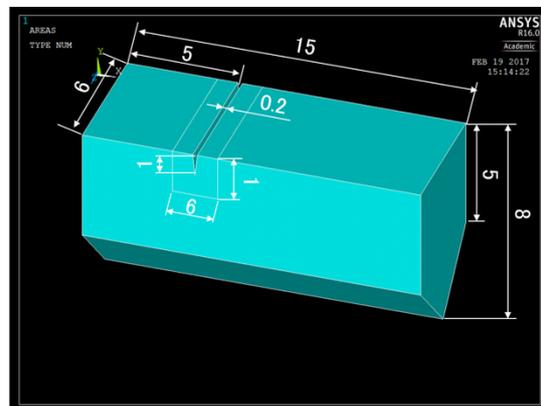


Fig.3 有限要素解析モデル

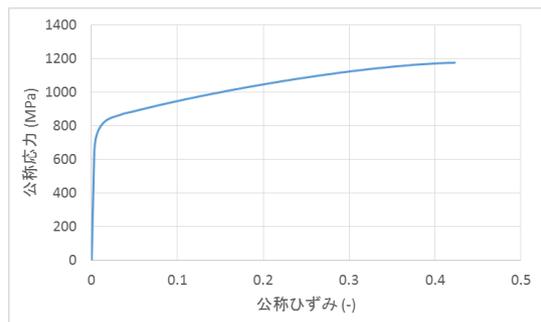


Fig.4 応力-歪曲線(実験値)

4. 研究成果

Fig. 5に回折ベクトル $g = [\bar{2}20]$ におけるノッチ先端近傍の明視野像を示す. Fig. 5ではノッチ先端で転位が発生し, 単一すべりがおきていることが分かる. また, Fig. 6で示す様に, $g = [200]$ の明視野像において, これらの転位のコントラストが消失している. このことから, 転位バーガスベクトルは $a/2 [011]$ または $a/2 [0\bar{1}\bar{1}]$ である事が分かった. さらに, 転位のトレース解析の結果を合わせると, バーガスベクトル, 転位線方向, すべり面の組み合わせは $a/2 [01\bar{1}]$, $[\bar{1}01]$ 方向, (111) 面, または $a/2 [011]$, $[101]$ 方向, $(1\bar{1}\bar{1})$ 面となる. このことから, いずれの転位も転位線方向と b のなす角が 60° となる混合転位であると考えられる. 一方, さらに高荷重で試験を行った試料のHVEM観察では多重すべりが見られた. これは, 一定以上の変形が加わった場合, 亀裂先端において交叉すべりが起こり, 転位が急激に増殖することを示している. このことは, 高窒素鋼でのBDTにおける破壊靱性値の急激な上昇が亀裂先端における転位の急激な増加によるものであることを示唆している

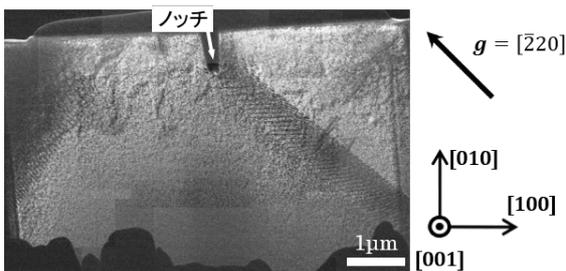


Fig.5 ノッチ先端の転位像($g = [\bar{2}20]$)

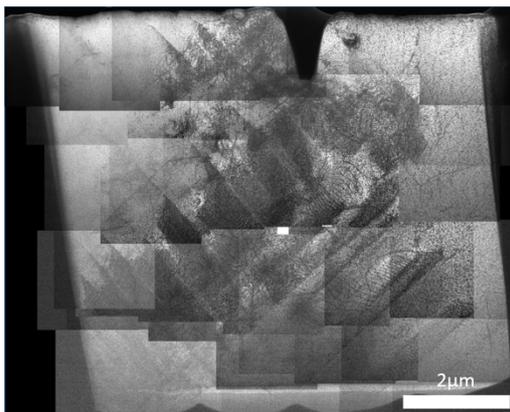


Fig.6 ノッチ先端の転位像($g = [200]$)

Fig. 7 に fcc の全すべり系 $\{111\}\langle 110 \rangle$ におけるノッチ先端近傍の分解剪断応力の分布を示す. すべての分解剪断応力分布の共通点として, ノッチ先端近傍に応力集中が生じており, それは亀裂先端の応力分布を表す解析式から予測される分布と同様であった. 臨界分解剪

断応力を越えた領域は赤く表示しており, すべり方向が $[110]$, $[\bar{1}\bar{1}0]$, $[10\bar{1}]$, $[101]$ の系で臨界分解剪断応力を越える領域が広くあらわれた. Fig. 5においてほぼ等価である $[10\bar{1}]$, $[101]$ 方向のすべりが見られなかった理由は, $[110]$, $[\bar{1}\bar{1}0]$ 方向のすべりが発生した時点で新たなすべり系で転位を発生させるよりも, 既に転位が発生したすべり系で既存の転位を移動させるほうが低いエネルギーで起こるためであると考えられる. 変形が進んだ試料では, さらに変形が進んだ試料におけるHVEM観察では臨界分解剪断応力を越えていない位置にも転位のコントラストが観察され, 有限要素解析で得られる応力解析との違いが現れた. これは, 実験では単結晶を用いているために, 不均一な塑性変形による効果であると考えられる.

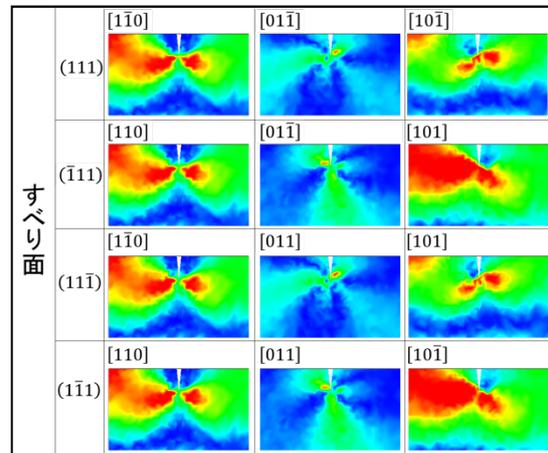


Fig.7 有限要素法で求めた各すべり系における臨界分解剪断応力分布

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 2 件)

① M. Tanaka, K. Higashida, "Temperature dependence of effective stress in severely deformed ultralow-carbon steel", *Philos. Mag.*, 96 (2016), pp.1979-1992.

② 定松直, 田中将己, 東田賢二, 松村晶. エネルギーフィルター搭載超高压電子顕微鏡法による極厚膜試料中の転位観察, *まてりあ*, 55 (2016), p. 597.

[学会発表] (計 7 件)

① 藤崎基, 田中将己, 東田賢二, "高窒素鋼における亀裂先端転位のHVEM観察", 日本金属学会九州支部・日本鉄鋼協会九州支部・軽金属学会九州支部平成27年度合同学術講演

大会, 2015 年.

②藤崎基, 田中將己, 東田賢二, 土山聡宏, 小野本達郎, "高窒素鋼における亀裂先端転位の HVEM 観察", 日本鉄鋼協会第 168 回秋季講演大会, 2015 年.

③カロカロハルナス, 藤崎基, 田中將己, 森川龍哉, 東田賢二, "単結晶マイクロ試験片を用いた力学特性評価", 日本金属学会九州支部・日本鉄鋼協会九州支部・軽金属学会九州支部平成 28 年度合同学術講演大会, 2016 年.

④カロカロハルナス, 藤崎基, 田中將己, 森川龍哉, 東田賢二, "単結晶マイクロ試験片を用いた臨界分解剪断応力評価", 日本鉄鋼協会第 172 回秋季講演大会, 2016 年.

⑤藤崎基, 森川龍哉, 田中將己, 東田賢二, 土山聡宏, 小野本達郎, "高窒素オーステナイトステンレス鋼の亀裂先端近傍における転位構造観察", 日本鉄鋼協会第 172 回秋季講演大会, 2016 年.

⑥カロカロハルナス, 奥山彫夢, 森川龍哉, 田中將己, 東田賢二, "鉄合金単結晶マイクロカンチレバーにおける力学特性の結晶方位依存性", 日本鉄鋼協会 174 回秋季講演大会, 2017 年.

⑦田中將己, "結晶性材料における脆性-延性遷移挙動の支配因子", 日本金属学会 2017 年 (第 160 回) 春期講演大会, 2017 年.

[図書] (計 2 件)

①東田賢二, 田中將己, 破壊靱性の支配機構, しなやかで強い鉄鋼材料 (2016) 59-67.

②田中將己, 東田賢二. 応用編第 26 章 Si 機械的特性, 鉄鋼材料と合金元素 (2016) 892-897.

[産業財産権]

○出願状況 (計 0 件)

○取得状況 (計 0 件)

[その他]

<https://www.zaiko.kyushu-u.ac.jp/~defra/>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

田中 將己 (TANAKA MASAKI)
九州大学・工学研究院・准教授
研究者番号: 40452809

(2) 研究分担者

森川龍哉 (MORKAWA TATSUYA)
九州大学・工学研究院・助教
研究者番号: 00274506

(3) 連携研究者

なし

(4) 研究協力者

なし