

令和元年5月27日現在

機関番号：17102

研究種目：研究活動スタート支援

研究期間：2017～2018

課題番号：17H06933

研究課題名(和文)多結晶金属中の転位組織の不均一性とその力学特性への影響

研究課題名(英文) Heterogeneity of dislocation substructure in polycrystalline metals and its influence on mechanical properties

研究代表者

山崎 重人 (Yamasaki, Shigeto)

九州大学・総合理工学研究院・助教

研究者番号：00804741

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,300,000円

研究成果の概要(和文)：SEM電子線チャネリングコントラスト法により純ニッケルをSEM内その場引張試験により変形させた際の転位組織発達を観察したところ、すべり線が増加するとともに、結晶粒界の近傍で転位のパイプアップが観察された。また、六方晶チタン合金では粒界から十分離れた粒内では主に柱面上もしくは底面上で活動する転位が観察されたが、粒界近傍においては錐面上で活動したと考えられる転位線が頻りに観察された。これは、結晶の対称性が低い六方晶チタン合金においては、隣接粒との変位の連続性を保つために粒界近傍において錐面すべりの活動が活性化されたためだと理解される。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究成果より、強化が施された実用合金ではSEM-ECCI法により材料中の転位組織の発達やその不均一性を観察できることが明らかとなった。転位組織の発達挙動を理解することは材料の力学特性を理解する上で非常に重要であり、本手法は実用合金の組織評価に関して極めて有用な方法である。

研究成果の概要(英文)：Dislocation substructure development in pure nickel deformed by SEM in-situ tensile test was observed by SEM electron channeling contrast method. In pure nickel, an increase in slip lines and dislocation pileup near grain boundaries were observed. In the case of hexagonal titanium alloys, dislocations mainly active in prism slip and basal slip were observed in the grains. On the other hand, in the vicinity of grain boundaries, dislocation lines considered to be active on the pyramidal surface were frequently observed. It is understood that this is because, in the hexagonal titanium alloy having low crystal symmetry, the activity of pyramidal slip is activated in the vicinity of the grain boundary in order to maintain the continuity of displacement with adjacent grains.

研究分野：金属材料学

キーワード：転位 電子顕微鏡 金属材料 塑性変形

## 様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19、CK - 19 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

転位は金属材料の変形を担う格子欠陥であり、その存在状態の把握は材料の強度特性を理解する上で極めて重要である。これまで、転位の直接観察には透過型電子顕微鏡(TEM)が用いられることがほとんどであったが、近年の技術発展により走査型電子顕微鏡(SEM)でも転位線の一本一本が観察できるようになった。多結晶金属材料の塑性変形を考えると、結晶粒界は転位運動の障害となる一方で、転位源としての役割も持つ。また、高温変形では結晶粒界は転位のシンクになると考えられている。さらに、結晶粒界の近傍では、結晶粒の形状や隣接し合う結晶粒同士の変形能の違いなどに起因した応力集中のために主すべり系以外の転位も活動可能となる。その結果、粒界近傍では粒内とは異なる複雑な転位組織が発達する。このような転位組織発達や塑性ひずみの不均一性は再結晶挙動や高温変形におけるキャビティの発生などに関与していることから、学術面はもちろん、工学的にも重要なテーマとなっている。

粒界近傍における転位下部組織の特異性については、古くから TEM 観察などによって確かめられてきた事実である。このことに対して SEM で転位組織を観察できる利点としては、TEM 観察に比べて広範な視野での観察が可能になることである。これにより、材料中での転位組織の分布や発達の不均一性をまでを考慮した組織評価が可能となった。

### 2. 研究の目的

本研究は、多結晶金属材料中の結晶粒界の存在によって生じる転位組織発達の不均一性に着目して、転位組織の形成箇所や転位密度の分布を明らかにすることを通じて、転位組織の発達規模の不均一性と巨視的な力学特性の関係を明らかにすることを目的とする。

これには応募者が世界に先駆けて提案した、SEM を用いた電子線チャネリングコントラスト法 (Electron Channeling Contrast Imaging: ECCI) 法による転位組織の不均一性の定量評価手法を活用する。転位組織や塑性ひずみの不均一性の評価に関しては、これまでも SEM 後方散乱電子回折法やデジタル画像相関法、放射光トモグラフィなどの方法による研究が進められている。しかし、いずれの方法も比較的ひずみが大きい領域での評価を得意としており、数%以下の低ひずみ領域での評価に難点がある。これに対し、SEM-ECCI 法は低ひずみ領域での評価に向いているが、数十%の大きな変形が生じた材料に関しては評価が困難となる。また、デジタル画像相関法や放射光トモグラフィでは組織中に存在もしくは人工的に作製したマーカの変位を読み取ることで塑性ひずみを評価するため、局所的なひずみの定量評価が可能である反面、転位組織の変化を直接観察・評価することはできない。一方、SEM-ECCI 法は塑性変形を担う基本要素である転位の直接観察が可能であるが、転位組織の定量化結果から局所的な塑性ひずみ量を定量的に求めることは困難である。このように、先行する評価手法と本研究で実施する SEM-ECCI 法による評価を相補的に用いることが可能となれば、転位組織や塑性ひずみの不均一性に関する研究のより一層の発展に貢献することが見込まれる。

### 3. 研究の方法

室温で変形させた種々の多結晶金属材料について SEM-ECCI 方による転位組織を観察する。得られた結果について、不均一な転位組織発達の規模と力学特性の相関について考察する。

### 4. 研究成果

まず、純ニッケルを SEM 内その場引張試験により変形させた際の転位組織発達を観察した結果を図 1 に示す。初期状態から研磨時に導入されたと思われる転位が観察される。これを降伏直後まで変形させると明瞭なすべり線が観察されるようになるが、個別の転位線の増加や初期から存在した転位線の移動はほとんど観察されなかった。これは、初期にこれらの転位が導入された際と引張変形時では荷重負荷方向が異なるために、活動するすべり系のシュミット因子が異なるためだと考えられる。また、図 1 中の矢印で示す部分などでは変形によって初期転位の消失も認められた。これは、試料の極表面層付近に存在していた転位が表面に抜けることで、消失したと理解できる。

更に変形を進めると、すべり線が明瞭に観察されるようになるとともに、結晶粒界に近い点線部で転位のパイルアップが観察された。すべり線が形成された部分では、より大規模かつ集団的な転位運動が生じたと考えられるが、転位のパイルアップが観察された部分とすべり線が観察された部分で塑性変形のし易さにどのような差異があったのかという点や、更に変形が進行した際にパイルアップが認められた部分での転位組織がどのように発達するかという点については、今後より詳細かつ統計的な検討が必要である。

このように、純ニッケルでの SEM 内その場引張り試験による予備検討の結果、転位のパイルアップの観察には成功したものの、純金属の室温変形においては転位がすべり線を形成して大規模に活動するため ECCI 法によって一本一本の転位運動を捉えることが比較的困難であることがわかった。

そこで次に、分散強化や転位強化、固溶強化などの強化が施された材料を研究対象として観察を行ったところ、これらの材料を変形させた場合には独立した転位線を観察することが見出された。そこで、これらの材料について転位組織の分布を評価した。その結果、マルテンサイト鋼やニッケル基金金では粒界近傍での転位組織の不均一の程度が比較的小さかった。これに対し、六方晶チタン合金では粒界から十分離れた粒内では主に柱面上もしくは底面上で活動

する転位が観察されたが、粒界近傍においては錐面上で活動したと考えられる転位線が頻りに観察された。これは、とくに結晶の対称性が低い六方晶チタン合金においては、隣接粒との変位の連続性を保つために粒界近傍において錐面すべりの活動が活性化されたためだと理解される。

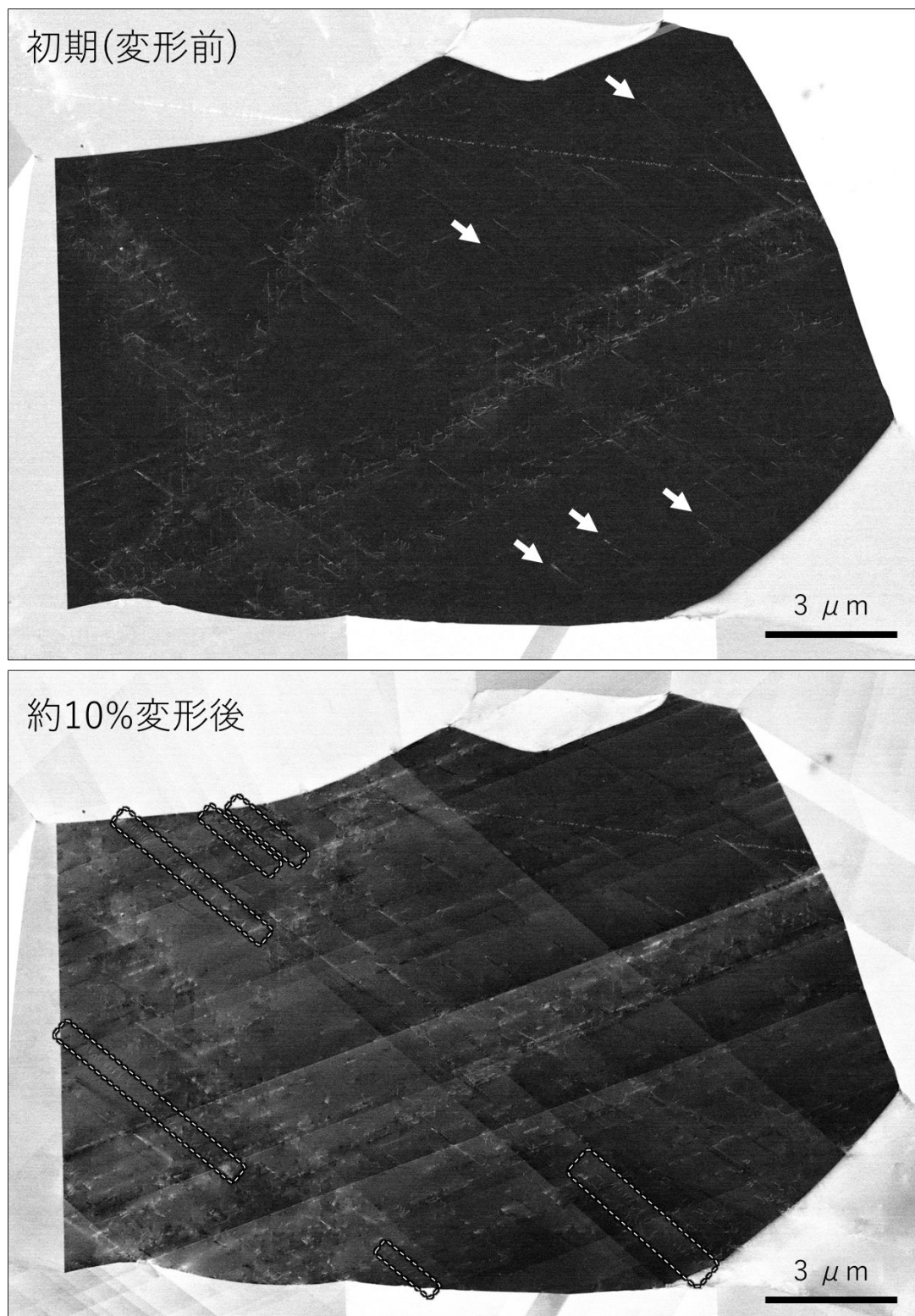


図1 SEM-ECCI法により観察した  
室温で引張変形させた純ニッケル中での転位組織発達。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計0件)

〔学会発表〕(計3件)

1. 山崎重人, 「耐熱合金のクリープ変形の測定と定量的組織観察」, 日本金属学会 第1回若手研究グループ研究会, 2018.
2. S. Yamasaki, “Dislocation Structure Observation by SEM Electron Channeling Contrast Imaging”, MJIT MICROSCOPY LAB WORKSHOP SERIES 2, 2018.
3. 山崎重人, 「耐熱合金の微細組織の観察・測定と評価」, IHI Materials Forum 2018, 2018.

〔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：  
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：  
国内外の別：

〔その他〕

ホームページ等

## 6. 研究組織

### (1) 研究分担者

研究分担者氏名：

ローマ字氏名：

所属研究機関名：

部局名：

職名：

研究者番号(8桁)：

### (2) 研究協力者

研究協力者氏名：光原昌寿

ローマ字氏名：Masatoshi Mitsuvara

研究協力者氏名：中島英治

ローマ字氏名：Hideharu Nakashima

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属されます。