

令和 3 年 6 月 23 日現在

機関番号：82108

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2018～2020

課題番号：18H01696

研究課題名(和文) TEM内局所力学計測によるBCC金属の転位論モデル解析

研究課題名(英文) Analysis on dislocation theory model for local deformation behavior in bcc metal through TEM in-situ straining technique

研究代表者

大村 孝仁(OHMURA, Takahito)

国立研究開発法人物質・材料研究機構・構造材料研究拠点・副拠点長

研究者番号：40343884

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 11,900,000円

研究成果の概要(和文)：TEMその場変形・計測において超微細粒IF鋼の解析を行った結果、外力負荷前において粒内に存在した転位は粒界へ向かって移動後に粒界付近で消滅し、同時に計測される荷重-変位曲線においては、転位密度の低下とともに荷重が上昇する傾向が観察された。さらに塑性ひずみを上昇させると、粒界からの転位生成が確認され、転位密度の上昇が確認された。転位核生成とその後の変形挙動に関するFe単結晶を用いた解析において、弾性変形から遷移する際のひずみバースト現象は、バーストが発生する臨界応力の確率密度がガウス型の分布を示すのに対し、その後の比較的の小規模なバースト現象はべき乗型の分布を示すことを初めて明らかにした。

研究成果の学術的意義や社会的意義

bcc金属は、鉄鋼材料に代表されるように身近な構造材料であり、社会インフラを支える重要な役割を果たしている。学術的には、bcc結晶構造に特有の転位運動と力学挙動の関係をTEM内その場変形などの先進的な手法によって直接的に捉えることに成功し、塑性変形の機構を解明した。社会的には、変形機構の基礎的な解明によって機械的性質のさらなる性能向上を実現する指針の構築に貢献した。

研究成果の概要(英文)：TEM in-situ straining measurements for interstitial-free steel revealed that dislocations in grain interior moved to a grain boundary and were absorbed at the grain boundary during deformation. The corresponding stress-strain relation showed remarkable stress increase due to the reduction of the dislocation density. For further deformation stage, dislocations nucleated at a grain boundary to lead an increase in dislocation density. Nanoindentation measurements for Fe single crystal revealed that the strain burst phenomenon occur at the transition from elastic to plastic deformation, which showed a Gaussian distribution of probability density. In the subsequent stage of the deformation, the strain burst phenomenon presented power-law function, which is totally different physical model of the deformation.

研究分野：材料強度物性

キーワード：転位 BCC金属 塑性変形 局所力学挙動 TEM 粒界

1. 研究開始当初の背景

転位論は、材料の塑性変形における応力 ひずみ関係の素過程を定式化したミクロモデルの代表である。例えば、転位の移動速度を外力の関数として表現した Johnston-Gilman 理論や、マクロなひずみ速度を転位密度と転位の移動速度の積でモデル化した Orowan 理論などが一般的である。これらのモデルは、転位の易動度が変形抵抗を支配する易動度支配型を良く表現しており、降伏応力のひずみ速度依存性や温度依存性を転位運動の熱活性化過程によって説明することに成功している。しかし、これらのモデルは、短時間における転位密度が一定の条件であり、一方、実際の材料は不均一に転位密度が変化することが推測され、増殖支配型のモデル化も必要である。また、BCC 金属の場合、刃状転位と比較してらせん転位の易動度が極端に低いことやすべり方向に対する異方性が存在するなど、他の金属には無い現象が知られている。これが脆性-延性遷移現象や降伏応力の強い温度依存性などの特異なマクロ力学挙動の原因と考えられていることから、転位の性質を実測した検証も必要である。これらの課題は 1980 年代から未解決のままであり、「転位論が当初期待されたほど材料開発という応用面に積極的な貢献を果たすことなく」と指摘されている所以の一つである。停滞の原因の一つは、従来の実験手法で得られる情報に限界がある事であり、特にナノスケールの現象を実測することが大きな課題であった。実験研究に基づいたアプローチを貫く限り、新たな観察・解析技術の開発が大きな契機になると期待される。

これらの課題に対して申請者らは、ナノインデンテーション法と TEM 観察を組み合わせた方法で、圧入応力下で塑性変形の開始時に発生するひずみバースト(pop-in)現象が転位生成による転位密度変化が主因である事を明らかにした。pop-in 現象は、力学測定的时间分解能である 5 ms よりも短時間現象であり、TEM 観察された転位は急激な転位密度変化に結果と断定できる。この変形機構は、転位の粘性運動による易動度支配ではなく、瞬時に多数の転位が発生して平衡位置まで達する飛行運動・発生支配型の機構であることを示している。また、TEM 内その場変形・計測手法により、転位密度上昇に伴って流動応力が低下する関係を実測することに成功した。変形初期は転位密度が極端に低い枯渇状態にあるため強度が高く、ひずみとともに転位密度が上昇して軟化している様子が観測された。この挙動は、降伏点降下現象の素過程と理解することができ、Johnston-Gilman モデルを直接的に実測した初めての例である。さらに、BCC 鉄中においてらせん転位が支配的な場合には刃状転位が支配する場合に比べて流動応力が高くなることを初めて実験的に実証した。これらの知見は、従来モデルの実証のみならず、計測が不可能であった現象を捉えることに成功した例であり、転位論モデルの機構理解に大きく寄与する結果である。

これらの手法を、種々の格子欠陥と転位との相互作用に適用することによって、転位の性格、易動度、組織発達などの特徴と力学応答との関係を定量的に明らかにすることが可能となる。転位論を基礎とする塑性変形のミクロモデルは、実験的な困難さから直接的な実証研究がほとんど進展しておらず、また、マクロスケールに展開する場合に均質系を仮定する必要がある。これに対して本提案の手法は、局所的な「組織と力学」の両方を直接的に捉えられる点で画期的な手法であり、基礎的視点であるミクロモデルの検証に加えて、実用材料にも応用が可能で、マクロスケールを構成する複合的な因子を分離して理解することが可能になると期待される。

2. 研究の目的

本研究の目的は、鉄合金などの BCC 金属が示す脆性-延性遷移などの特異なマクロ力学挙動について、先端技術である透過電子顕微鏡(TEM)内その場変形・計測やナノインデンテーション法などによって転位運動の直接観察と力学応答の計測を同時に行い、降伏や破壊現象の微視的機構を明らかにすることである。これらの先端観察・解析技術の最大の特徴は、従来は転位運動の観察に限定されていた手法に加えて力学測定を同期して行える点であり、これによって塑性変形の素過程である転位運動と力学挙動の関係を定量的に明らかにすることができる。BCC 金属はらせん転位の運動が支配的とされており、その動的挙動(易動度など)と力学応答(流動応力など)の関係を直接的に実測できれば、微視的な転位論モデルと巨視的な力学特性の関係が解明できる。

3. 研究の方法

本研究の主要な装置である TEM 内その場変形・計測装置は、物質・材料研究機構に既存の設備を用いた。材料は、Interstitial-free(IF) 鋼、 α -Fe 単結晶などの bcc 金属を用いた。bcc 金属を用いる理由は、主要な構造材料である鉄鋼を構成する重要な相であることや、bcc 構造中ではらせん転位の易動度が低いためにらせん転位に観察ターゲットを絞りやすいためである。これらの試料に対して、SEM-EBSD によって予め結晶方位を特定した位置から FIB-SEM によってマイクロピラー圧縮試験片を作成し、TEM によって転位組織などを予備観察した後にその場変形・計測を行った。その場測定によって得られた TEM 動画は、応力-ひずみ関係と同期化を行って、転位組織と力学応答の関係を明確化した。バルク試料に対しては、ナノインデンテーション

測定を行い、荷重 - 変位曲線上に現れるひずみバースト (pop-in) 現象を解析し、確率密度分布などを求めた。

4. 研究成果

超微細粒 IF 鋼の TEM その場変形解析では、転位 粒界相互作用の明確な挙動が観察された⁽¹⁾。図 1 は、連続的に記録された TEM 像から抜き出したスナップショットを示している。外力負荷前において粒内に存在した転位は、外力がある値に達した時点で運動を開始し、図の下側に位置する粒界へ向かって移動後に粒界付近で消滅している。これは、転位が粒界に吸収される挙動と理解され、相互作用の特徴的な挙動の一つとされる。TEM 観察と同時に計測される荷重 - 変位曲線においては、転位密度の低下とともに荷重が上昇する傾向が観察された。さらに塑性ひずみを上昇させると、粒界からの転位生成が確認され、転位密度の上昇が確認された。この転位組織変化と流動応力の関係は、ひずみ速度と転位易動度⁽²⁾の関係を与える Orowan モデルと、転位易動度と負荷せん断応力の関係を与える Johnston-Gilman モデルの組み合わせで理解できる。

さらには、転位核生成とその後の変形挙動に関する Fe 単結晶を用いた基礎的な解析において、バースト現象に着目した解析を行った。図 2 は、弾性変形から塑性変形へ遷移する際のひずみバースト現象 (1st pop-in, 青色プロット) と、その後の比較的小規模なバースト現象 (2nd pop-in, 赤色プロット) の確率密度分布を示している。1st pop-in は、確率密度がガウス型の分布を示すのに対し、2nd pop-in はべき乗型の分布を示すことを初めて明らかにした。弾性変形からの遷移過程は、無欠陥領域からの転位核生成が素過程と理解され、bcc 金属の場合は高いパイエルス応力のために臨界応力が高くなる傾向を示す。それに続く小規模なバースト現象は、弾性 - 塑性遷移の際に発生した既存転位が変形の担い手となり、最初にすべり運動を開始した転位が前方の転位を連続的に活性化して転位雪崩現象を起こしたことでフラクタル性のあるべき乗型の挙動が理解できる⁽²⁾。

参考文献

- (1) H. Li, S. Gao, Y. Tomota, S. Ii, N. Tsuji, T. Ohmura, Acta Mater., 206 (2021) 116621.
- (2) Y. Sato, S. Shinzato, T. Ohmura, T. Hatano, S. Ogata, Nature Comm., 11 (2020) 4177.

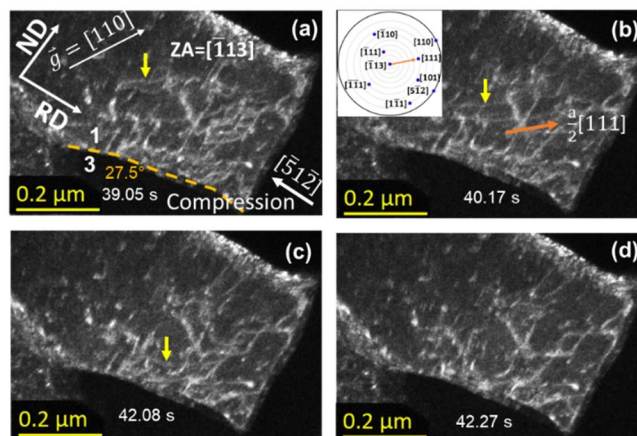


図 1 . TEM その場変形で得られた転位 粒界相互作用の動的挙動 .

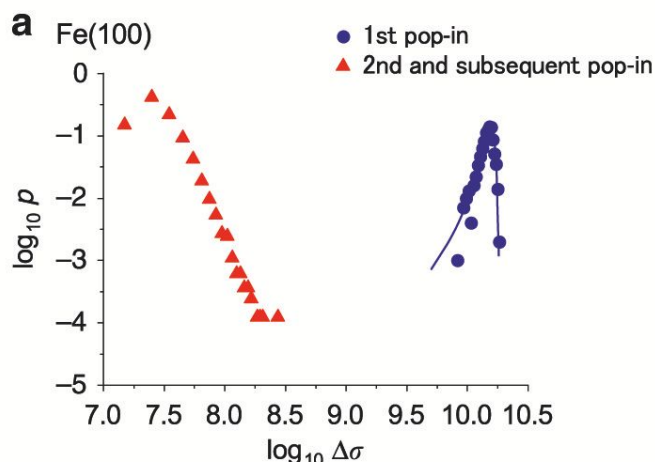


図 2 . Fe 単結晶におけるひずみバースト現象の確率密度関数.

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計12件（うち査読付論文 12件 / うち国際共著 2件 / うちオープンアクセス 3件）

1. 著者名 Li Hongxing, Gao Si, Tomota Yo, li Seiichiro, Tsuji Nobuhiro, Ohmura Takahito	4. 巻 206
2. 論文標題 Mechanical response of dislocation interaction with grain boundary in ultrafine-grained interstitial-free steel	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Acta Materialia	6. 最初と最後の頁 116621 ~ 116621
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.actamat.2021.116621	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Nakano Katsuya, Takeda Kengo, li Seiichiro, Ohmura Takahito	4. 巻 85
2. 論文標題 Evaluation of Grain Boundary Strength through Nanoindentation Technique	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Journal of the Japan Institute of Metals and Materials	6. 最初と最後の頁 40 ~ 48
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2320/JINSTMET.JD202006	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Endoh Kazuki, li Seiichiro, Kimura Yuuji, Sasaki Taisuke, Goto Sota, Yokota Takeshi, Ohmura Takahito	4. 巻 85
2. 論文標題 Effects of Grain Boundary Geometry and Boron Addition on the Local Mechanical Behavior of Interstitial-Free (IF) Steels	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Journal of the Japan Institute of Metals and Materials	6. 最初と最後の頁 30 ~ 39
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2320/JINSTMET.JD202005	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Ohmura Takahito, Wakeda Masato	4. 巻 14
2. 論文標題 Pop-In Phenomenon as a Fundamental Plasticity Probed by Nanoindentation Technique	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Materials	6. 最初と最後の頁 1879 ~ 1879
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.3390/ma14081879	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -

1. 著者名 Ohmura Takahito	4. 巻 62
2. 論文標題 Recent Advances in Indentation Techniques and Their Application to Mechanical Characterization	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 MATERIALS TRANSACTIONS	6. 最初と最後の頁 563 ~ 569
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2320/matertrans.MT-M2020371	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -

1. 著者名 Sato Yuji, Shinzato Shuhei, Ohmura Takahito, Hatano Takahiro, Ogata Shigenobu	4. 巻 11
2. 論文標題 Unique universal scaling in nanoindentation pop-ins	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Nature Communications	6. 最初と最後の頁 4177 ~ 4177
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1038/s41467-020-17918-7	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -

1. 著者名 Wang Yanxu, Tomota Yo, Ohmura Takahito, Gong Wu, Harjo Stefanus, Tanaka Masahiko	4. 巻 196
2. 論文標題 Continuous and discontinuous yielding behaviors in ferrite-cementite steels	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Acta Materialia	6. 最初と最後の頁 565 ~ 575
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.actamat.2020.07.017	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Nakano Katsuya, Ohmura Takahito	4. 巻 106
2. 論文標題 Effect of Solute Carbon on Onset of Local Plastic Deformation in BCC Iron	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Tetsu-to-Hagane	6. 最初と最後の頁 372 ~ 381
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2355/tetsutohagane.TETSU-2019-095	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Man Tinghui, Ohmura Takahito, Tomota Yo	4. 巻 23
2. 論文標題 The effect of boundary or interface on stress-induced martensitic transformation in a Fe-Ni alloy	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Materials Today Communications	6. 最初と最後の頁 100896 ~ 100896
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.mtcomm.2020.100896	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Y. Sato, S. Shinzato, T. Ohmura, S. Ogata	4. 巻 121
2. 論文標題 Atomistic prediction of the temperature- and loading-rate-dependent first pop-in load in nanoindentation	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Int. J. Plasticity	6. 最初と最後の頁 280-292
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.ijplas.2019.06.012	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Gao, M.-Y., Tsai, S.-P., Yang, J.-R., Chang, Y.-L., Ohmura, T., Chen, C.-Y., Wang, S.-H., Wang, Y.-T., Huang, C.-Y.	4. 巻 746
2. 論文標題 In-situ transmission electron microscopy investigation of compressive deformation in interphase-precipitated carbide-strengthened -iron single-crystal nanopillars	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Mater. Sci. Eng.	6. 最初と最後の頁 406-415
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.msea.2018.12.055	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する

1. 著者名 Gao Ming-Yuan, Tsai Shao-Pu, Yang Jer-Ren, Chang Ya-Ling, Ohmura Takahito, Chen Chih-Yuan, Wang Shing-Hoa, Wang Yuan-Tsung, Huang Ching-Yuan	4. 巻 746
2. 論文標題 In-situ transmission electron microscopy investigation of compressive deformation in interphase-precipitated carbide-strengthened -iron single-crystal nanopillars	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Materials Science and Engineering: A	6. 最初と最後の頁 406 ~ 415
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.msea.2018.12.055	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する

〔学会発表〕 計4件（うち招待講演 4件 / うち国際学会 4件）

1. 発表者名 T. Ohmura
2. 発表標題 Characterization of Dislocation Motions in Metallic Materials by TEM In-situ Straining and Nanoindentation
3. 学会等名 4th Symp. for The Core Research Cluster for Materials Science (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 T. Ohmura
2. 発表標題 NANO-MECHANICAL BEHAVIOR OF BCC IRONS CHARACTERIZED THROUGH NANOINDENTATION AND TEM IN-SITU STRAINING
3. 学会等名 Nanomechanical Testing in Materials Research and Development VII (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 T. Ohmura
2. 発表標題 “Nano-mechanical characterization for bcc metals through nanoindentation and TEM in-situ straining
3. 学会等名 NANO KOREA 2019 (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 T. Ohmura
2. 発表標題 Collective motion of dislocation associated with local plasticity initiation and subsequent behavior in bcc metals
3. 学会等名 MS&T18 (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2018年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究 分担者	井 誠一郎 (Ii Seiichiro) (60435146)	国立研究開発法人物質・材料研究機構・構造材料研究拠点・ 主幹研究員 (82108)	

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関			
その他の国・地域 台湾	国立台湾大学			