

機関番号：82108

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2008～2010

課題番号：20560663

研究課題名(和文) 局所力学特性評価による粒界強化機構の素過程解析

研究課題名(英文) Mechanical characterization of local deformation behavior in the vicinity of grain boundary

研究代表者

大村 孝仁(OHMURA TAKAHITO)

独立行政法人物質・材料研究機構・新構造材料センター・主幹研究員

研究者番号：40343884

研究成果の概要(和文)：ナノスケールの局所力学挙動解析を鉄鋼材料の粒界などに応用して、粒界強化機構の素過程を明らかにした。粒内に比べて粒界はより低応力で塑性変形が開始することを明確にした。TEM その場インデンテーションによって、転位の増殖と同時に流動応力が瞬時に低下することや、双結晶における界面付近では大角粒界にもかかわらず、転位の顕著な堆積挙動は観察されなかった。

研究成果の概要(英文)：Nano-scale mechanical characterization was applied to grain boundary of steels and fundamental deformation behavior was analyzed to consider the mechanism of grain boundary strengthening. The critical stress for the plasticity initiation is lower for the grain boundary than that for the grain interior. Through the in-situ nanoindentation in a TEM, it was found that the flow stress dropped with drastic dislocation multiplication. There was no remarkable dislocation pile-up at the grain boundary even though the grain boundary has a large angle.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2008年度	1,000,000	300,000	1,300,000
2009年度	1,300,000	390,000	1,690,000
2010年度	1,100,000	330,000	1,430,000
年度			
年度			
総計	3,400,000	1,020,000	4,420,000

研究分野：材料強度物性

科研費の分科・細目：材料工学、構造・機能材料

キーワード：鉄鋼材料、結晶粒界、転位、力学挙動、ナノインデンテーション、透過電子顕微鏡、その場観察

## 1. 研究開始当初の背景

粒界強化は、結晶粒径が小さくなると降伏強度や引張強度が上昇する挙動として知られており、学術的・工業的に極めて重要な知見である。これを記述する関係式としてHall-Petchの式が広く受け入れられている。このHall-Petchの関係は、実験から得られた経験式として示され、種々のモデルによってその機構の理解が試みられている。強化に

寄与する主な機構モデルは、粒界が転位のすべり運動の障害となる挙動や、転位源として作用して転位間相互作用を促進する働きである。前者のモデルとしては転位のパイラップモデル、後者のモデルは転位源モデルとGN転位モデルがそれぞれ示されている。いずれのモデルも、転位論を基に粒界との相互作用を論じており、その挙動は透過電子顕微鏡による転位組織観察などで検証されてい

る。  
 一方、力学特性に関しては、従来研究ではマクロスケールでの評価が行われているのみで、単独の粒界が持つ効果を定量的に評価した例はほとんどない。これは、従来の実験手法には微小スケールの評価技術が無かったことが主な理由である。個々の粒界が持つ結晶方位差などの組織因子と力学挙動の対応を明確化できれば、粒界強化機構の理解を加速させることができる。

## 2. 研究の目的

本研究の目的は、クラシックな課題である粒界強化の素過程を、ナノインデンテーション法と呼ばれる新しい解析技術によって明らかにすることである。この解析技術は、nmオーダーの精度で測定位置を決めて微小な圧入変形を加えることができ、これによって単独の粒界近傍の変形挙動を定量的に評価することが可能である。従来、ナノスケールの変形挙動は、TEM 内変形その場観察などの転位組織観察から定性的に検討しているにすぎなかった。それに対して本研究で用いる手法は、ナノスケールにおける力学応答を直接測定することが可能で、例えば「粒界は粒内より変形抵抗が高いのか」という基礎的で重要な疑問に定量的に答えることができ、粒界強化機構の理解が飛躍的に進むと期待される。

## 3. 研究の方法

基本となるナノインデンテーション設備は、物質・材料研究機構に既存の装置を用いる。本装置の基本構造は、圧入変形導入に用いるダイヤモンド圧子が3軸のピエゾアクチュエータの先端に装着されており、このピエゾを駆動させることによって走査プローブ顕微鏡(SPM: Scanning Probe Microscope)観察をその場で行うことができる。これにより、数 nm 程度の高い精度で圧入変形の位置決めを行うことができる。材料は、□-Fe 合金などの bcc 金属を用い、粒界の特徴を種々制御した双結晶を試料とする。また、粒界に偏析して特性に影響を与える P や C 量を変化させた試料を用いる。材料として□-Fe 合金を用いる理由は、bcc 金属は荷重-変位曲線上に塑性変形開始挙動が明確に現れることに加え、実用材料として最も重要であるためである。これらの試料に対して粒界位置を SPM 像上で特定し、ナノインデンテーション測定を行って塑性変形開始挙動、塑性硬さ、弾性定数を解析することによって、粒界の特徴と変形挙動の関係を明らかにする。

## 4. 研究成果

(1) 粒界近傍における塑性変形開始挙動の定量評価

Fe-Si 合金双結晶材料において、 $\Sigma 51$  粒界の材料についてナノインデンテーションによる評価によって荷重過程の変形挙動を解析したところ、荷重-変位曲線上に塑性変形の開始に対応する pop-in と呼ばれる明瞭な挙動が現れた。図1は、ナノインデンテーション測定で得られる荷重-変位曲線の例である。赤のプロットが粒内を、青は粒界上に対応する。これらの挙動を比較すると、粒界上において、より低い応力で塑性変形が開始する傾向が明確となった。比較的低い応力で塑性変形が開始することは、この粒界が転位源となっていることを示唆するものである。これは、IF 鋼における大角ランダム粒界における結果と類似していることから、大角粒界は有効な転位源として働くことが明らかとなった。

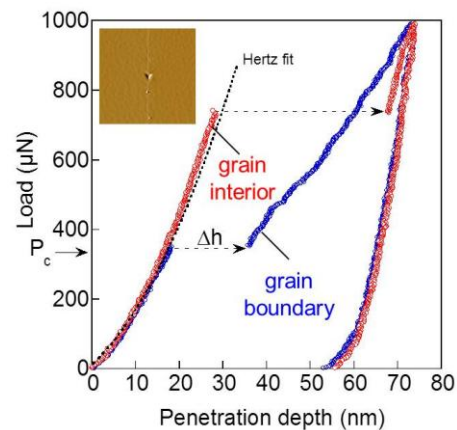


図1 粒内および粒界における荷重-変位曲線

(2) マルテンサイト鋼の異相界面付近における変形挙動

Fe-Ni レンズマルテンサイトについて、各組織と変形挙動の関係を調べた。図2は、インデンテーション測定を行った後のマルテンサイト相付近の走査プローブ顕微鏡像である。各組織上に圧痕が明瞭に観察される。midrib の位置で最も硬さが高く、midrib から離れるに連れて硬さが低下し、未変態オーステナイト相が最も軟らかいことが明らかとなった。また、未変態オーステナイト相内において、変態した相との界面に近い部分においては、変態ひずみを緩和するために導入されたと考えられる転位が高密度に存在しており、その部分の硬さは、異相界面から離れた位置のオーステナイト相の硬さよりも高いことが明らかとなった。さらに、変形初期の荷重-変位曲線の解析から、塑性変形の

開始の臨界応力が最も高いのは未変態オーステナイト相、次にmidrib、最も低い応力で塑性変形が開始するのは高転位密度領域であることがわかった。

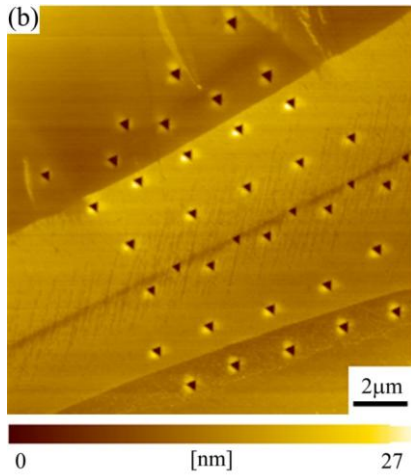


図2 マルテンサイト相に圧痕が形成された Fe-Ni 合金の走査プローブ顕微鏡像

(3) TEM その場ナノインデンテーションによる解析

TEM その場ナノインデンテーション技術を用いて、Fe-Si 双結晶の変形挙動解析を行った。図3は、変形後の表面付近における TEM 明視野像と暗視野像である。粒内を運動する転位の挙動を観察したところ、易動度の低い転位が多く残存していることから、変形抵抗は易動度の低い転位の易動度によって支配されていることを明確にした。図4は、転位と粒界の相互作用を記録した動画像から、粒界付近を転位が通過する瞬間を抜き出した一連のスナップショットである。転位とΣ51対称傾角粒界の反応を動的に観察したところ、粒界に向かってすべり運動をする転位は、粒界におけるパイルアップなどの挙動は確認されず、塑性変形が隣接粒内に伝播する様子が観察された。また、その場観察と同時に計測された応力-ひずみ関係においても、粒界を変形が跨ぐ瞬間に顕著な流動応力の上昇は認められなかった。この粒界は、結晶方位差が約24°の大角粒界であるが、上述の結果は大角であっても大きなすべりの抵抗になるとは限らないことを示している。

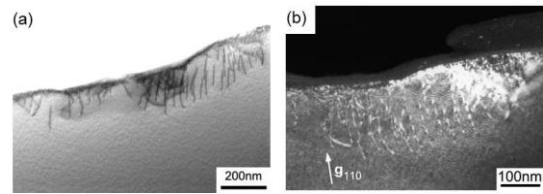


図3 Fe-Si 合金の表面付近に導入された転位組織

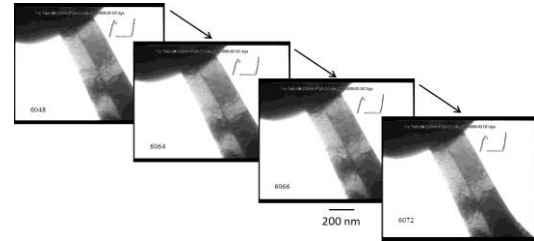


図4 Fe-Si 双結晶の粒界付近における転位-粒界相互作用の様子

## 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3件)

- ① T. Ohmura, L. Zhang, K. Sekido and K. Tsuzaki, Effects of lattice defects on indentation-induced plasticity initiation behavior in metals: submitted.
- ② L. Zhang, T. Ohmura, K. Sekido, K. Nakajima, T. Hara and K. Tsuzaki: Direct observation of plastic deformation in iron-3% silicon single crystal by in-situ nanoindentation in transmission electron microscopy, Scripta Mater., 64, (2011) 919-922. (査読有)
- ③ L. Zhang, T. Ohmura, A. Shibata and K. Tsuzaki: Characterization of local deformation behaviors of Fe-Ni lenticular martensite by nanoindentation, Mater. Sci. Eng. A, 527, (2010) 1869-1874. (査読有)

[学会発表] (計10件)

- ① 大村孝仁: ナノインデンテーションを用いた塑性変形の開始挙動の解析, 日本材料学会関東支部セミナー, (2010.12.6) 東京
- ② 関戸薫子, 大村孝仁, 原徹, ZHANG Ling, 津崎兼彰: 鋼の塑性変形開始挙動に対する初期転位密度と固溶Cの影響, 日本鉄鋼協会第160回秋季講演大会, (2010.9.26) 札幌

- ③ ZHANG Ling, 大村孝仁, 関戸薫子, 中島清美, 原徹, 津崎兼彰: TEM内その場ナノインデンテーション法による変形の観察, 日本鉄鋼協会第160回秋季講演大会, (2010.9.26) 札幌
- ④ T. Ohmura, L. Zhang, K. Sekido, and K. Tsuzaki: Characterization of local deformation behavior of metals through nanoindentation technique, Fourth International Conference on the Science and Technology for Advanced Ceramics, (2010.6.22) Yokohama
- ⑤ L. Zhang, 大村孝仁, 津崎兼彰: Fe-Ni レンズマルテンサイトにおける局部変形挙動 / Local deformation behavior of Fe-Ni lenticular martensite, 日本金属学会2009年秋期大会, (2009.9.24) 京都
- ⑥ T. Ohmura, L. Zhang and K. Tsuzaki: INDENTATION-INDUCED LOCAL DEFORMATION BEHAVIOR OF ULTRA-FINE GRAINED ALUMINUM PRODUCED BY SEVERE PLASTIC DEFORMATION, THERMEC 2009, (2009.8.26) Berlin
- ⑦ T. Ohmura, L. Zhang and K. Tsuzaki: Indentation-induced plasticity initiation at a stress level of an ideal strength, International Workshop on Probing the Limits of Strength, (2009.8.11) Berkeley USA.
- ⑧ 大村孝仁: TEMナノインデンテーション法による転位と粒界相互作用のその場観察 / TEMナノインデンテーション法による転位と粒界相互作用のその場観察, 日本材料学会第58期第1回分子動力学部門委員会講演会, (2009.7.3) 金沢
- ⑨ 大村孝仁: ナノインデンテーションの原理と微細組織材料への応用 / ナノインデンテーションの原理と微細組織材料への応用, 第5回プローブ顕微鏡による表面分析研究会, (2009.6.26) 名古屋
- ⑩ T. Ohmura, L. Zhang and K. Tsuzaki: Evaluation of strengthening factors for bulk metals through nanoindentation technique / Evaluation of strengthening factors for bulk metals through nanoindentation technique, ISOPE-2009, (2009.6.23) Osaka.

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

大村 孝仁 (OHMURA TAKAHITO)  
独立行政法人物質・材料研究機構・新構造材料センター・主幹研究員  
研究者番号：40343884

### (2) 研究分担者

なし

### (3) 連携研究者

なし