

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成24年 4月 7日現在

機関番号：17102

研究種目：若手研究（B）

研究期間：2010～2011

課題番号：22760544

研究課題名（和文） 超高压電子線トモグラフィによる亀裂先端の立体構造解析

研究課題名（英文） 3D characterisation of microstructure around a crack tip by combining high-voltage electron microscopy and tomography.

研究代表者

田中 将己（TANAKA MASAKI）

九州大学・工学研究院・助教

研究者番号：40452809

研究成果の概要（和文）：

亀裂先端近傍で発生した転位の三次元構造を超高压電子顕微鏡による電子線トモグラフィにより明らかにするとともに、それら転位の弾性応力場が亀裂先端近傍の局部応力状態に与える影響を実測した。その結果、亀裂先端の一部はそれら転位によって開口されるような応力をうけおり、その部分が新たな転位源として働く事が明らかとなった。更に転位が亀裂近傍で二重交叉を起し、フランク-リード源が生成される事が明らかとなった。

研究成果の概要（英文）：

Three-dimensional structures of crack tip dislocations were observed, using electron tomography with a high-voltage electron microscope. It was calculated that the effect of elastic stress field due to the dislocations on the local stress field around the crack tip. It was elucidated that crack opening stress is applied at a part of the crack front, which becomes a new dislocation source. It was also elucidated that a certain dislocation double cross-slips ahead of the crack tip to be a Frank-Read source.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2010年度	1,600,000	480,000	2,080,000
2011年度	1,600,000	480,000	2,080,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,200,000	960,000	4,160,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学，構造・機能材料

キーワード：強度・靱性・破壊

1. 研究開始当初の背景

材料の破壊は時に重大事故を引き起こすため、その抑止は材料の信頼性を担保する為に必須である。室温で十分変形する材料も低温では変形せずに脆性的に破壊し、いわゆる

延性-脆性遷移現象を示す。この機構解明のための研究は、R. Thomsonらを中心として端を發した「破壊の物理」を土台とし、シリコン単結晶をモデル材として活発な展開が図られた。その結果、延性-脆性遷移挙動は

亀裂先端近傍で発生・増殖する転位の挙動に支配される事が明らかとなった。そのため、延性-脆性遷移挙動を理解するためには亀裂先端での転位運動過程、ひいてはその増殖過程の解明が必要不可欠である。

2. 研究の目的

本研究の第一の目的は、これまで申請者が加速電圧 200kV の透過電顕を用いて培ってきた電子線トモグラフィによる亀裂転位の3次元構造観察手法と、厚い試料での観察が可能な超高压電子顕微鏡 (HVEM) による観察法の融合による「超高压電子線トモグラフィ」により、亀裂先端転位の立体構造を解析し転位増殖過程を解明する事である。なお、亀裂先端の構造を解析するためのモデル材料としてシリコン単結晶を用いた。即ち、亀裂先端における複雑な転位群の構造を超高压電子線トモグラフィにより明らかにし、転位増殖プロセスを明確化した。なお、亀裂先端の構造を解析するためのモデル材料としてシリコン単結晶を用いた。

3. 研究の方法

(001)単結晶ウェハにマイクロピッカー硬度計を用いて $\langle 110 \rangle$ 亀裂を導入した。シリコン結晶は室温で脆性的であるため、この状態では亀裂先端に転位は発生しない。そこで、圧痕付加による残留内部応力を駆動力として転位を発生させるため、試料を750°Cで10分間加熱した。その試料をイオンミリングによって亀裂先端を含むように薄膜化し、電子顕微鏡試料とした。

電子線トモグラフィによる転位の三次元構造解析は、電子顕微鏡内で試料ホルダーを $\pm 70^\circ$ 程度、 2° 毎に像を撮り、その像をコンピュータ上で再構成させることによって可能になる。従来、回折コントラストを使った結晶性材料中の転位トモグラフィ観察は困難と言われていたが、回折ベクトルが試料回転中に常に一定になるように回折ベクトルを試料の回転軸と一致させることでそれを可能にした。

4. 研究成果

図1に発生初期の亀裂先端近傍のHVEM明視野像を示す($g=220$)。亀裂前方および側面に転位に起因するコントラストが見られる。試料ホルダーを $\pm 50^\circ$ 回転させ、得られた転位の再構成像を図2に示す。ここで図中に記している記号は図1中に示している同じ記号を記した転位に対応している。再構成像より以下に示す転位発生過程が明らかになった。まず、亀裂からすべり面に乗った転位ループが発生し、ループ形状を保ったまま

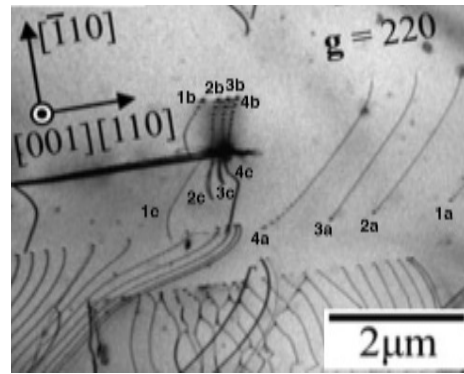


図1 発生初期の亀裂先端転位像

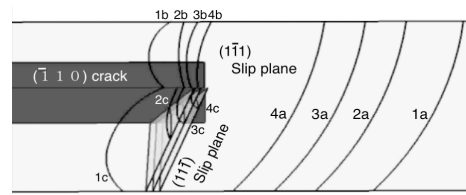


図2 発生初期転位の再構成像

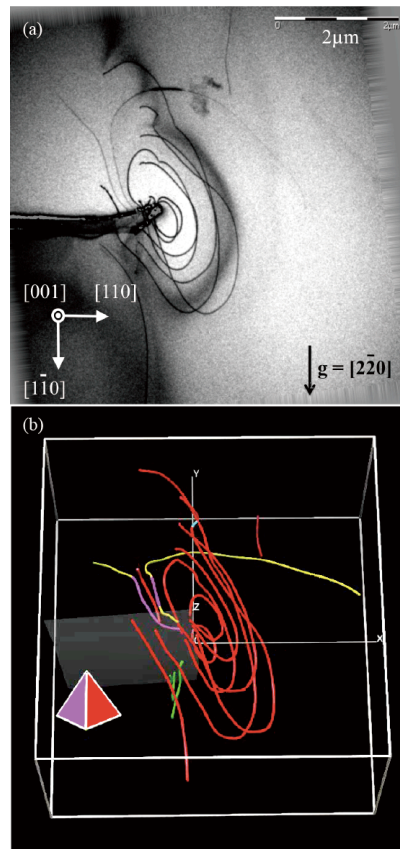


図3 (a) HVEM 明視野像, (b)観察された転位の再構成

成長する。次に、発生した転位ループは成長し、亀裂側面で面に交叉迂りを起こす。

図3 (a), (b)に試料は異なるが更に転位の増殖が進んだ亀裂先端のHVEM明視野像と再構成像を示す。図3 (a)と同様の面に乗っている転位ループに加え、図3 (b)に赤色で示している(111)面上に乗った転位ループも観察された。亀裂先端に発生した転位が亀裂先端近傍の力学状況に与える影響を定量的に示す指標として局部応力拡大計数がある。この値を計算するためには、3次元空間上の転位の座標を知る必要がある。そこで、実際に超高压電子線トモグラフィによって得られた転位の三次元座標から局部応力拡大計数を計算した。その結果、亀裂前縁では、最初に発生した転位ループによって、そのループの外側にある亀裂前縁の一部が引張(開口)の負荷応力を受け、その部分が新たな転位源として活動する事が明らかとなった。このプロセスが連続的に進むことにより、やがて亀裂前縁が転位で覆われる。

このように亀裂先端近傍での超高压電子線トモグラフィが可能となった事で、亀裂から発生した転位構造の詳細を明らかにする事が可能となった。この結果は破壊力学物性の研究発展に大きく貢献すると期待される

5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計 6 件)

1) K. Higashida, M. Tanaka, "Mechanism behind brittle-to-ductile transition understood by the interaction between a crack and dislocations", *ISIJ Int.*, 52, pp.704-709, 2012, (査読有).

2) M. Tanaka, S. Sadamatsu, H. Nakamura, K. Higashida, "The Early Stage of Dislocation Process around a Crack Tip Observed by HVEM-Tomography in Silicon Single Crystals", *Mater. Trans.*, 52, pp.352-357, 2011, (査読有).

3) M. Tanaka, S. Sadamatsu, G. Liu, I.M. Robertson, "Sequential multiplication of dislocation sources along a crack front revealed by high-voltage electron microscopy", *J. Mater. Res.*, 26, pp.508-513, 2011, (査読有).

4) M. Tanaka, G.S. Liu, T. Kishida, K. Higashida, I.M. Robertson, "Transition from a punched-out dislocation to a slip dislocation revealed by electron tomography", *J. Mater. Res.*, 25, pp.2292-2296, 2010, (査読有).

5) M. Tanaka, M. Honda, S. Sadamatsu, K. Higashida, "3-D structures of crack-tip dislocations and their shielding effect revealed by electron tomography", *J. Electron Microsc.*, 59, pp.S55-S60, 2010, (査読有).

6) S. Sadamatsu, M. Tanaka, M. Honda, K. Higashida, "Crack tip dislocations observed by TEM-tomography in silicon single crystals", *Journal of Physics: Conference Series*, pp.012142, 2010, (査読有).

[学会発表] (計 17 件)

1) 田中将己, "HVEM トモグラフィによる結晶格子欠陥の三次元構造解析", 産業科学ナノテクノロジーセンター「第3回若手セミナー」, 大阪大学産業科学研究所, 2012年2月2日.

2) S. Sadamatsu, H. Nakamura, S. Inoue, M. Tanaka, K. Higashida, "Crack tip dislocations observed by using HVEM-tomography and multiplication mechanism of dislocation sources at a crack tip", *International Symposium on Role of Electron Microscopy in Industry ~Toward Genuine Collaboration Between Academia and Industry~*, Nagoya, Japan, 19 Jan. (2012).

3) 田中将己, 東田賢二, 定松直, 中村拓人, 井上誠介, "超高压電子線トモグラフィによる亀裂先端転位群の三次元構造解析", 日本顕微鏡学会 第27回分析電子顕微鏡討論会, 幕張メッセ, 2011年9月7日.

4) 田中将己, 東田賢二, "超高压電子顕微鏡による転位の観察と破壊靱性", 日本鉄鋼協会高温プロセス部会若手フォーラム, 京都工芸繊維大学, 2011年11月11日.

5) 田中将己, 東田賢二, "超高压電子顕微鏡を用いた転位群の三次元構造解析", 日本顕微鏡学会 第55回シンポジウム, かがわ国際会議場, 2011年10月1日.

6) 田中将己, 定松直, 中村拓人, 井上誠介, 東田賢二, "電子線トモグラフィによる格子欠陥の三次元構造解析", 日本顕微鏡学会 第67回学術講演会, 福岡国際会議場, 2011年5月16日.

7) 定松直, 中村拓人, 井上誠介, 田中將己, 東田賢二, "超高压電子線トモグラフィによるシリコン単結晶中の亀裂先端転位群の三次元構造解析", 日本顕微鏡学会第 67 回学術講演会, 福岡国際会議場, 2011 年 5 月

8) 井上誠介, 定松直, 中村拓人, 田中將己, 東田賢二, "Si 単結晶における亀裂先端近傍の HVEM-トモグラフィ観察と転位源増殖メカニズム", 平成 23 年度日本鉄鋼協会・日本金属学会・軽金属学会九州支部合同学術講演大会, 九州大学筑紫キャンパス, 2011 年 6 月 11 日.

9) 井上誠介, 中村拓人, 定松直, 田中將己, 東田賢二, "Si 単結晶における亀裂先端近傍の HVEM-トモグラフィ観察と転位源増殖機構", 第 53 回日本顕微鏡学会九州支部学術講演会, 熊本大学, 2011 年 12 月 3 日.

10) 井上誠介, 中村拓人, 定松直, 田中將己, 東田賢二, "Si 単結晶における亀裂先端近傍の HVEM-トモグラフィ観察と転位発生プロセス", 日本金属学会 2011 年秋期大会(第 149 回), 沖縄コンベンションセンター, 2011 年 11 月 7 日.

11) M. Tanaka, S. Sadamatsu, H. Nakamura, S. Inoue, K. Higashida, "Crack tip dislocations and their multiplication process revealed by HVEM-tomography", 5th Meeting of the International Union of Microbeam Analysis Societies (IUMAS-V), Seoul, Korea, 25 May (2011).

12) M. Tanaka, S. Sadamatsu, G. S. Liu, H. Nakamura, K. Higashida, I. M. Robertson, "Crack Tip Dislocations and the Sequential Multiplication Process of Dislocation Sources along the Crack front Revealed by HVEM-Tomography", 140th TMS Annual Meeting & Exhibition, San Diego, U. S. A., 2 March (2011).

13) 田中將己, 東田賢二, 本田雅幹, 定松直, "亀裂先端転位群の HVEM-Tomography 解析と脆性-延性遷移温度挙動", 日本金属学会 146 回春季大会, 筑波大学, 2010 年 3 月 29 日.

14) 田中將己, 東田賢二, 定松直, 中村拓人, 本田雅幹, "HVEM 連続傾斜観察による亀裂先端転位源の増殖初期過程の研究", 日本顕微鏡学会第 66 回学術講演会, 名古屋国際会議場, 2010 年 5 月 25 日.

15) 中村拓人, 定松直, 本田雅幹, 田中將己, 東田賢二, "HVEM-Tomography による亀裂先端転位の発生・増殖機構解明", 平成 22 年度日本鉄鋼協会・日本金属学会・軽金属学会九州支部合同学術講演大会, 熊本大学, 2010 年 6 月 5 日.

16) 中村拓人, 定松直, 井上誠介, 田中將己, 東田賢二, "HVEM-Tomography による亀裂先端転位の初期発生プロセス及び増殖機構の解明", 第 52 回日本顕微鏡学会九州支部学術講演会, 九州大学, 2010 年 12 月 4 日.

17) M. Tanaka, K. Higashida, S. Sadamatsu, H. Nakamura, "Crack tip dislocations observed by electron tomography in single crystal silicon", 31st Risø International Symposium on Materials Science: Challenges in materials science and possibilities in 3D and 4D characterization techniques, Roskilde, Denmark, 8 Sep. (2010).

[その他]
ホームページ等
<http://www.kyudai-mse.org/>

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・助教
研究者番号: 40452809