

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 6 月 4 日現在

機関番号：17102

研究種目：若手研究(A)

研究期間：2012～2014

課題番号：24686079

研究課題名(和文)収差補正付きの走査透過電子顕微鏡を用いた格子歪場の直接測定による破壊物理学の革新

研究課題名(英文)The direct observation of lattice distortion using aberration corrected high-resolution transmission electron microscope

研究代表者

田中 将己(Tanaka, Masaki)

九州大学・工学(系)研究科(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) 18,300,000円

研究成果の概要(和文)：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。材料の靱性を表すパラメータの一つとして破壊靱性値が挙げられる。本研究では、透過電子顕微鏡を用いた格子像解析により、亀裂先端近傍の格子点の平衡位置からの偏倚を計測し、転位内部応力を起源とする亀裂先端の応力場を格子歪場として直接可視化した。これにより、理論的に予測されていた応力遮蔽場の存在が原子スケールで実証された。

研究成果の概要(英文)：Fracture of materials induces catastrophic accident so that it is essential to prevent the fracture in order to increase the reliability of the materials in use. In this study, the stress field which is due to the internal stress of dislocations was obtained around a crack tip, measuring the shift of lattice points from their equilibrium positions. The existence of shielding field which is theoretically expected around the crack tip was experimentally cleared in an atomistic scale.

研究分野：結晶塑性

キーワード：転位 電子顕微鏡 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。材料の靱性を表すパラメータの一つとして破壊靱性値が挙げられる。この破壊靱性値というマクロな破壊力学特性は Thomson(1986)らを中心として端を発した「破壊の物理」によって、「亀裂と転位との相互作用」というミクロな材料科学的見地から取り扱う事の出来る物性値となった。転位構造と破壊靱性値の関係は「破壊の物理」において次のように理解される。亀裂先端に転位が発生すると、外力が加えられていないにもかかわらず、転位の存在によって亀裂先端は圧縮（閉口）の応力場になるため、亀裂を進展させるためには、この圧縮場をキャンセルするだけの余分な外力を加える必要が生じ靱性値は上昇する。更に近年、亀裂先端から転位を発生・移動させる MD 計算が行われるようになり、そこでは亀裂から発生した転位が及ぼす応力は、亀裂を圧縮する応力場である事が示された。これは、「破壊の物理」が弾性論的に示した転位による応力集中緩和機構が原子レベルのスケールでも物理的正当性を保持する事を示唆する。

そのような中で、高分解能電子顕微鏡像を用いて格子歪と応力を原子サイズの分解能をもって実測する事が可能となってきた (Hýtch *et al.*, 2003)。この手法では、得られた原子像の平衡位置からのずれを各原子について測定することで歪分布および応力分布を原子分解能で得ることが可能となった。

2. 研究の目的

本研究では、弾性力学の範疇に留まっていた従来の亀裂-転位相互作用に関する破壊力学研究を真の原子論的破壊物理に発展させることを目的とする。そのために、まず透過電子顕微鏡を用いた格子像解析により、亀裂先端近傍の格子点の平衡位置からの偏倚を計測し、Hýtch らが提案した geometrical phase analysis (GPA) の有効性を検討した。そして次に、転位内部応力を起源とする亀裂先端応力遮蔽場を格子歪場として直接可視化し、応力遮蔽場の存在を原子スケールで実証した。

3. 研究の方法

本研究では、厚さ 630 μm の (011) シリコンウェハを用いた。その試料を 8mm x 35mm に切断し、3 点曲げ試験により 1113K で 63MPa まで応力を負荷した。その後、加速電圧 5kV でイオンミリング (Fischione, Model M-1050) により薄膜化した後、ミリング時に導入されたダメージ層を低減するため、2kV, 1kV, 0.5kV で最終仕上げを行った (Fichone, Model 1040)。こ更に、亀裂先端に発生した転位を観察するため、上記 (011) ウェハにビ

ッカース高度計 (Mitutoyo, MVK-E3) を用いて負荷荷重 0.5N, 保持時間 7s の条件で圧痕を負荷した。その際に発生した {110} 亀裂の先端を集束イオンビーム (FEI, Quanta 3D 200i) を用いて薄膜化し、収差補正付き透過電子顕微鏡 (JEOL, ARM200F) を用いて観察した。

4. 研究成果

図 1 (a) に転位芯の高分解能像像を示す。中心の像が乱れているところに転位が存在している。図 1 (b) に (a) にフィルター処理を施した像を示す。図中の赤色の線は {111} 面を示し、黄色の線は extra-half plane を示す。図より、この領域には 2 枚の extra-half plane すなわち、刃状成分をもつ転位が二つ存在している事が分かる。これらの転位を FS/RH コンベンションに従って性格付けを行ったところ、ローマーの不動転位である事が分かった。更にこれら転位振の距離は約 b (b : バーガースベクトルの大きさ) である事

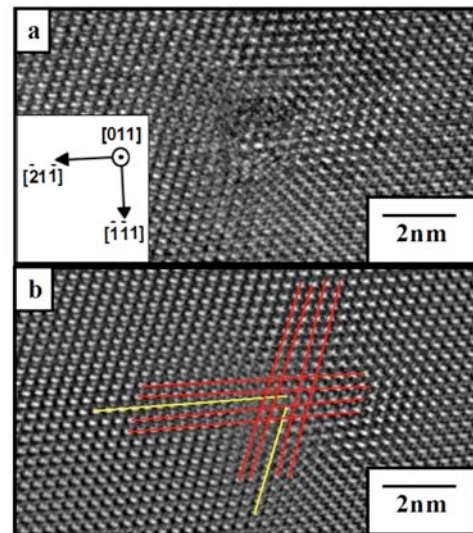


図 1 転位ペアの高分解能像. (a)オリジナル像, (b)フィルター処理像. 黄色の線は extra-half plane.

が明らかとなった。

これらの観察像から GPA を用いて測定した ϵ_{xx} の等高線を図 2 (a) に示す。ここで、x 軸、y 軸は $[0\bar{1}1]$ 方向にそれぞれ、平行、垂直に取っている。図 2 (b) に弾性論から求めた転位の周りの歪場を示す。ここで用いたバーガースベクトルと転位間距離は、実際に実験で求められた値を用いた。これらを比較すると、どちらも extra-half plane がある方に圧縮場がみられ、良く対応している事が分かる。また、歪みが ± 0.02 となる等高線を白と黒の点線で示しているが、その転位芯からの距離も良く対応している。このことから、転位芯近傍でも弾性論が良く成り立っていること

が分かり、本手法が転位によって発生する弾性歪場を可視化するのに適していることが明らかとなった。

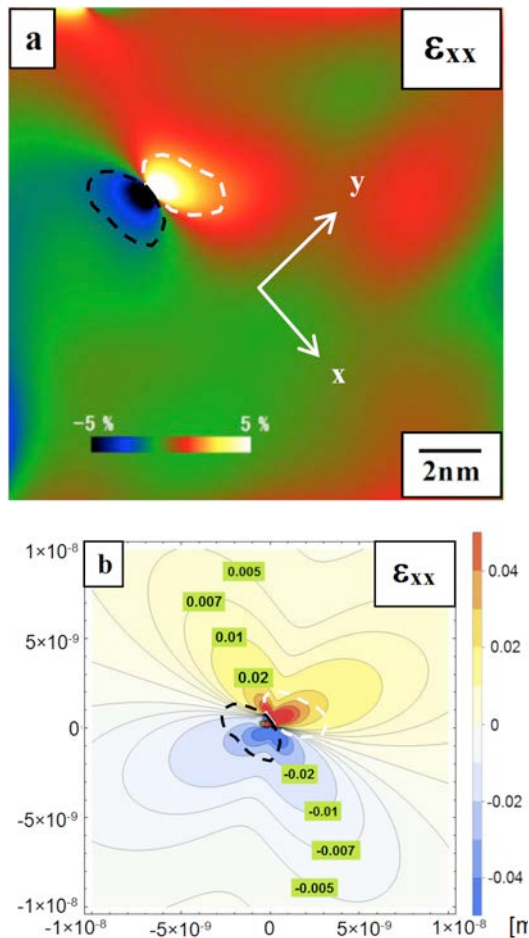


図2 (a)高分解能像から求めた ϵ_{xx} の等高線. (b)弾性論から求めた計算像.

次に、本手法を用いて亀裂先端近傍に発生した転位による弾性場の測定を行った。図3 (a)に $(0\bar{1}1)$ 亀裂先端近傍の高分解能像を示す。黒塗りで示した亀裂先端近傍に格子像の乱れが見られ、転位が存在している事が分かる。格子像の解析より、どの転位の extra-half plane も $\bar{1}$ 面に対して亀裂側に存在していた。更に、FS/RH コンベンションより、これらの転位のバーガースベクトルの決定も行った。図3 (b)に高分解能像から測定した亀裂面に垂直な歪分布を示す。亀裂前方に4つの転位芯による歪場がみられ、亀裂側が圧縮に成っていることが分かる。また、亀裂先端に着目すると、その歪場も圧縮場を示している事が分かる。図3 (c)に解析式より求めた転位を含む亀裂先端近傍の歪場の計算像を示すが、亀裂先端近傍は圧縮歪場となっており実験像と良く対応している。以上の結果より、亀裂先端から転位が放出されると、その歪(応力)場は亀裂を閉じようとする圧縮歪であるという、理論より予測されていた応力遮蔽効果が原子スケールで初めて実証された。

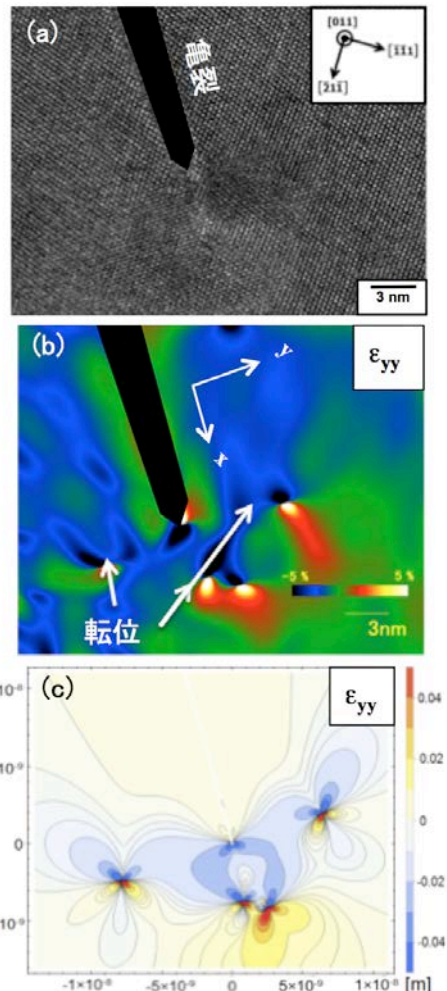


図3 (a)亀裂先端近傍の高分解能像. (b)高分解能像から求めた ϵ_{yy} の等高線. (c)弾性論から求めた計算像.

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] M. Tanaka, A. Fujii, H. Noguchi, K. Higashida, "Thermally activated processes of fatigue crack growth in steels", Philos. Mag. Lett., **94** (2014) pp.95-102. 査読有

[2] D.R. Adhika, M. Tanaka, T. Yamamoto, K. Higashida, "Strain Field Around Lomer Sessile Dislocations in Silicon Measured using Geometric Phase Analysis", Trans. Mater. Res. Soc. Japan, 査読有り (In press).

[3] D.R. Adhika, M. Tanaka, T. Daio, K. Higashida, "Crack Tip Shielding Observed with High-Resolution Transmission Electron", Microscopy, 査読有り (In press).

[学会発表] (計 11 件)

[1]D.R. Adhika, M. Tanaka, T. Daio, K. Higashida, "Crack tip shielding effect observed with HRTEM", The 9th Postech-KIMS-SNU-Kyushu University Symposium, Fuyou Club, Ohita, Japan, 23 Dec. (2014).

[2]D.R. Adhika, M. Tanaka, T. Daio, K. Higashida, "Crack-tip dislocations characterised with HVEM tomography", Opening International Symposium, Nex-Generation Microscopic Science, Awaji Yumebutai International Conference Center, Awaji Island, Japan, 3 Nov. (2014).

[3]田中將己, "転位論に基づいた脆性-延性遷移挙動の理解", 金属材料の高機能化およびその航空機・次世代自動車への応用研究会, 臨江館, 犬山市, 2013年3月4日

[4]M. Tanaka, K. Higashida, "Multiplication process of crack tip dislocations revealed with HVEM-tomography", The International Union of Materials Research Societies - International Conference in Asia 2013 (IUMRS-ICA-2013), Indian Institute of Science, Bangalore, India, 18 Dec. (2013). Invited

[5]D. Adhika, M. Tanaka, T. Yamamoto, K. Higashida, "Strain field around dislocations in silicon measured by GPA", 第55回日本顕微鏡学会九州支部学術講演会, 九州大学, 福岡市, 2013年12月14日

[6]M. Tanaka, K. Higashida, "Crack-tip dislocations characterised with HVEM tomography", Electron Microscopy & Multiscale Modeling 2013 (EMMM2013), Kyoto University, Kyoto, Japan, 12 Nov. (2013).

[7]M. Tanaka, S. Takano, K. Higashida, "Brittle-to-ductile transition in bulk nanostructured steels", KIM-JIM Symposium, 2013 Autumn Meeting of The Japan Institute of Metals and Materials, Kanazawa University, Kanazawa, Japan, 17 Sep. (2013). Invited

[8]M. Tanaka, K. Higashida, "3D Structure of Crack Tip Dislocations Elucidated with

Electron Tomography and their Effects on Toughness", The 8th Pacific RIM International Congress on Advanced Materials and Processing (PRICM8), Wailoloa, Hawaii, USA, 6 Aug. (2013). Invited

[9]M. Tanaka, K. Higashida, "Enhancement of toughness at low temperatures using grain refinements", International Symposium on Strength of Fine Grained Materials - 60 years of Hall-Petch-, The University of Tokyo, Tokyo, Japan, 17 July (2013).

[10]井上誠介, 高橋慶太, 田中將己, 東田賢二, "収差補正付き電子顕微鏡を用いた転位近傍の弾性ひずみ測定", 第54回日本顕微鏡学会九州支部学術講演会, 別府・豊泉荘, 別府市, 2012年11月10日

[11]M. Tanaka, K. Higashida, "Dislocation Source Multiplication at a Crack Tip Revealed by HVEM-tomography", 4th International Conference on Fundamental Properties of Dislocations (Dislocations 2012), Eötvös University, Budapest, Hungary, 27 Aug. (2012).

[図書] (計 0 件)
なし

[産業財産権]
○出願状況 (計 0 件)
なし

○取得状況 (計 0 件)
なし

[その他]
ホームページ等
<http://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・大学院工学研究院・准教授
研究者番号: 40452809