

鉄系材料における変形・破壊要素過程の透過電子
顕微鏡法による研究

(要約)

Study of elementary processes of the
deformation and fracture in iron-based
materials using transmission electron
microscopy

井上 喬仁

金属材料は、自動車をはじめとする輸送機器や橋梁の構造部材、原子炉の構造材料、モーターの鉄心材等で使用され、我々の生活や社会インフラを支える重要な材料である。これらは長期間の荷重や様々な環境に曝されるため、それに耐えうる機械的性質を持つ材料の設計・開発が常に求められる。

結晶性金属における変形の起源は、結晶内部の「転位」と呼ばれる結晶格子欠陥が移動することにあると知られている。ある結晶にせん断応力を印加すると転位が特定の結晶面を移動することで塑性変形が起こり、やがて破壊に至る。一方、結晶とは異なり不規則な原子配列をもつ非晶質金属は、「せん断帯」の核生成と伝播が変形を局所化するために破壊が急激に起こるとされている。以上のことから、金属材料の機械的性質を制御するためには、材料内部の欠陥挙動をマイクロ-ナノスケールにまで遡って明らかにする必要がある。

欠陥挙動の観察には、透過型電子顕微鏡 (transmission electron microscope: TEM) が威力を発揮する。TEM は、試料に透過させた電子を用いて試料内部の観察や結晶構造解析・元素分析が可能な装置である。特に、TEM 観察の手法の一つである TEM その場観察は、試料の時間変化を観察することができ、詳細な材料特性の分析・評価を行うための強力な手法である。

本研究は、鉄系材料における変形と破壊の要因となる、格子欠陥そのものの挙動、格子欠陥同士の相互作用、に関して、新たに開発された原子分解能無磁場 TEM を用いて、それぞれの詳細を明らかにすることを目的とした。

本稿は 5 章から構成されている。

第 1 章では、本研究に必要な基礎事項と研究目的を述べた。

第 2 章では、原子分解能無磁場電子顕微鏡 (MARS) について述べた。新しく開発された MARS は、従来の TEM とは異なり、無磁場環境で TEM 観察を行うことを可能にした。これにより従来困難であった鉄系材料のような磁性材料の TEM 観察を非常に容易にし、あたかも非磁性材料のような感覚で操作することができるようになった。また、新しくワイドギャップタイプの対物レンズが開発されたことにより、TEM ホルダー傾斜の制限が相当程度無くなり、回折コントラスト法で引張や加熱環境でその場観察できるようになった。磁性材料の様々な TEM/STEM 観察が可能な無磁場電子顕微鏡の活用は、ナノ-原子レベルでの磁性材料の動的挙動の解明に極めて重要な役割を果たすと考えられる。筆者は、開発された MARS を用いて、純鉄の TEM 明視野像および暗視野像の撮影を行った。

第 3 章では、結晶性金属における転位の二重交差すべりによる欠陥形成の TEM その場観察について示した。金属材料の延性破壊過程を理解する上で、塑性変形における空孔形成機構に対する正確な知見は、極めて重要である。本研究では、高純度鉄の高温引張変形下における、らせん転位の二重交差すべりによる微小プリズマティック転位ループ形成過程を TEM その場観察し、新たな「動的型判定法」により、微小転位ループの型判定をおこな

った。本研究で提案した「動的型判定法」は、従来法では型判定が不可能であった、コントラストが不明瞭な微小転位ループへの適用を可能とするものである。本手法を実験結果に適用した結果、高温引張変形下において形成される微小転位ループの型は「空孔型」であることを明らかにした。これは、高温での二重交差すべりによる転位ループ形成過程が塑性変形における空孔形成メカニズムの一つとなることを示唆するものであり、鉄系材料の延性破壊プロセスを理解する上で重要な結果である。

第4章では、結晶性金属における転位と転位ループ間相互作用のTEMその場観察について述べた。原子炉・核融合炉の構造材料は、転位ループのような照射誘起格子欠陥が転位のすべりの障害物となって材料の硬化・脆化を引き起こすことが知られる。転位と転位ループのような照射誘起欠陥との相互作用は、Molecular Dynamics (MD) simulationによる研究が主に行われてきたが、TEMその場観察による研究は極めて少ない。さらに核融合炉で使用されるフェライト/マルテンサイト鋼の最高使用温度は約770-850 Kであることから、高温における知見が非常に重要である。本研究では転位と個々の転位ループとの相互作用に着目し、室温および高温において引張変形TEMその場観察を行った。その結果、(1)ピン止め解除後のループの挙動は5つの種類に分岐すること、(2)転位反応タイプの選択は、いくつかの例外を除き、転位-ループの接触を記述するパラメーターに基づいて決定論的に生じるのではなく、基本的に熱揺らぎに起因して確率的に生じること、(3)従来の常識とは異なる障害物強度とピン止め時間の異常な温度依存性、が明らかになった。これらの知見は、高温における照射されたフェライト鋼の機械的劣化の観察を解釈する上で重要であると期待される。

第5章では、本研究の総括を行った。