疲労により自己組織化したメゾスケール転位構造のSEMによる観察

SEM Observation of Meso-scale Dislocation Structures Self-organized during Fatigue

○正 兼子 佳久 (大阪市立大) 正 橋本 敏 (大阪市立大)

Yoshihisa KANEKO, Osaka City University, Sugimoto 3-3-138, Sumiyoshi-ku, Osaka

Satoshi HASHIMOTO, Osaka City University

Dislocation structures of fatigued copper and stainless steel crystals were observed with a scanning electron microscope (SEM) optimized for electron channeling contrast imaging (ECCI). With a help of the ECCI technique, one can detect dislocations underlying near surface of a bulk crystal. After fatigue tests, self-organized dislocation patterns such as persistent slip bands (PSBs) were successfully observed in both the copper and stainless steels. In addition, the ECCI technique revealed evolution of dislocation cell structure around a crack tip at which the observation with transmission electron microscopy (TEM) has been difficult.

Key Words: Fatigue, Dislocation Structure, ECCI Method, SEM Observation, Stainless Steel, Copper

1. 背景

金属材料が疲労破壊にいたる過程の初期段階では、結晶内に存在する転位が増殖・自己組織化し、Fig.1 に示すような転位密度が高い領域と低い領域から構成される疲労に特有な転位構造が形成されることが多くの材料で確認されている。固執すべり帯(PSB)のような転位構造がよく発達した部分は疲労破壊の核なりうる。また、特殊な転位組織はき裂周辺にも形成されるので、転位組織がき裂伝ば機構に直接関連している可能性もある。したがって、疲労き裂の発生や伝ばをうまくモデル化し、寿命予測などへ応用していくためには、転位構造の形成・発達の過程を十分把握しておく必要があるといえる。

従来、疲労変形を受けた金属材料の転位構造は透過型電子顕微鏡(TEM)を用いて研究されてきた。TEM を用いた多くの研究によって、疲労変形を受けた金属では Fig.1 のような転位構造を持つことが見出されてきた。しかしながら、TEM 観察を行うためには材料を薄膜状に加工しなければならぬので、例えば疲労試験中の同じ位置での転位構造の変化などは原理上観察できない。また、電子線が通過できる観察可能領域も非常に狭い範囲に限られるので、転位構造の広範囲な分布を調査するといったことはできなかった。

最近、Electron Channeling Contrast Imaging (ECCI) 法と呼ばれる走査型電子顕微鏡(SEM)を用いた新しい観察

技術が報告されている^(1,2)。ECCI 観察では表層付近の転位構造を観察できることを特徴としている。この方法は SEM を用いた表面観察なので、バルク状の試料を非破壊的に観察することができる。また、転位構造を TEM に比べて広範囲において観察することができる。この特徴を利用して我々は ECCI 法を用いて疲労変形を受けた金属材料の転位構造の観察を試みている^(3,4)。

本研究では、疲労変形を受けた銅とステンレス鋼の平滑試験片において形成された転位構造を ECCI 法で観察するとともに、Compact Tension(CT)試験片を用いて行った実験において形成・伝ばした疲労き裂先端近傍の微視的構造の観察を試みた。

2. 実験方法

2.1 ECCI 法

金属結晶の表面に電子線を照射すると、通常の SEM 観察に利用される二次電子の他に、後方散乱電子も放出される。この後方散乱電子の強度はいくつかの要素に影響されるが、その中の一つに結晶方位がある。後方散乱電子強度は入射電子線と反射結晶面との角度に依存し、特にブラッグ角付近での急激に変化する。入射ビームをブラッグの回折条件に調節した後、転位を含む領域を電子線走査すると、転位周りのわずかな結晶面の歪みでも後方散乱電子の強度は大きく変化する。この後方散乱電子の強度変化によりコントラストが現れ、表層付近の転位を観察することができる。本研究では電界放出型 SEM (日本電子 JSM-6500F) を用いて ECCI 観察をおこなった。

2.2 疲労試験

ブリッジマン法により銅単結晶を作製した。銅単結晶の応力軸方向は単一すべり方位である[123]および多重すべり方位である[211], [111], [100]の4種類である。銅単結晶は放電加工機を用いてゲージ部が $4 \times 4 \times 6 \text{ mm}^3$ の平滑試験片に加工した。それらの試験片を用いて塑性せん断ひずみ振幅 $\gamma_p = 2 \times 10^{-3}$ に制御した定塑性ひずみ条件で疲労試験を行った。疲労試験は10000サイクルで中断した。オーステナイト系ステンレス鋼である Fe-19Ni-11Cr 合金多結晶

Fig.1 Schematic model of the self-organized dislocation structure in a fatigued copper crystal.

(平均結晶粒径=約 $120\mu\text{m}$) も用意した。ステンレス鋼は 140MPa の定応力振幅下での高サイクル疲労試験に用いた。

また、銅多結晶 C T 試験片 ($20 \times 20 \times 3\text{mm}^3$) を用いて疲労き裂伝ば試験を行った。疲労き裂が発生した後、約 1mm まで成長したら実験を中断し、き裂先端近傍を ECCI 法で観察した。

3. 実験結果および考察

Figure 2 に疲労試験中断後に ECCI 法で観察した銅単結晶の表面を示す。材料の表面は疲労試験後に機械研磨および電解研磨によりきわめて平滑に仕上げられている。ECC 像には特徴的なコントラストが見られるが、通常の二次電子像では何も観察されなかったことから、それらは表面の凹凸ではなく内部構造の何らかの変化に起因しているといえる。[123] 応力軸の試験片では主すべり面に沿って約 $1.4\mu\text{m}$ の定間隔で並んでいるはしご状構造が見られる。この構造は形状・寸法ともに従来 TEM で観察されてきた Fig.1 のような PSB と酷似しているため、本研究での ECCI 法において [123] 銅単結晶で観察できた構造は表面近傍に形成された PSB であると断定できる。[111] 単結晶で見られた応力軸に対し垂直に発達している波状の組織や [100] 単結晶で見られた直角に交差している壁状の組織 (ラビリス構造) も従来の TEM 観察結果と一致する。[211] 単結晶で見られた応力軸に対し垂直に並んでいるはしご状構造に関しては我々の知る限り TEM 観察においても報告はない。

Fig.2 Electron channelling contrast images of dislocation structures observed in fatigue copper single crystals having various stress axes.

ステンレス鋼多結晶を用いて行った高サイクル疲労試験での ECCI 観察で得られた転位構造を Fig.3 に示す。ECC 像では銅単結晶の PSB とよく似たはしご状転位構造が見られる。ステンレスのような工業的な材料でも ECCI 法による転位構造観察が可能であることが確認された。また、疲労試験の中断・ECCI 観察・再開を繰り返すことによって、このようなはしご状構造のいくつかはセル構造へと徐々に変化していく様相が観察できた。ECCI 法では非破壊的にこのような観察できるので、部品として使用中の材料の疲労損傷を評価する手法への応用も期待できる。

Figure 4 は銅多結晶 CT 試験片において成長した疲労き裂先端近傍の ECC 像である。本研究で行った実験条件では疲労き裂の先端にはセル状の転位組織がよく発達していた。また、疲労き裂の前方にあたる Fig.4 の左下部では [100] 応力軸の銅単結晶 (Fig.2) に見られたラビリス転位構造

が発達していることがわかる。

TEM を用いた転位構造観察では、材料を $\phi 3\text{mm}$ の円盤薄膜状に加工しなければならず、また実際に観察可能な領域は其中でもほんの一部に限られてしまう。このような理由から疲労き裂周辺の微視的内部構造に関しては現在まであまり明らかにされてこなかった。しかしながら、ECCI 法を用いれば Fig.4 に示すように広範囲の転位構造およびその分布が調査することができ、疲労き裂伝ばのモデリングやき裂伝ば機構の解明にも有用であると考えられる。

4. 結 言

(1) 種々の応力軸方位を有する銅単結晶では、透過型電子顕微鏡で観察されてきたベイン構造や固執すべり帯が SEM を用いた ECCI 法によっても観察できた。また、ステンレス鋼多結晶においても銅の PSB に似たはしご状転位構造が観察できた。

(2) ECCI 法を利用することによって、透過電顕観察では難しかった疲労き裂先端近傍でのセル組織などの転位構造の観察に成功した。

参 考 文 献

- 1) A.J.Wilkinson and P.B.Hirsch, Micron, 28, (1997), 279.
- 2) B.A.Simkin and M.A.Crimp, Ultramicroscopy, 77, (1999), 65.
- 3) 兼子佳久, 橋本敏, 日本金属学会誌, 66, (2002), 1297.
- 4) Y.Kaneko and S.Hashimoto, JEOL News, 38, (2003), 20.

Fig.3 An electron channelling contrast image showing the ladder-like dislocation structure formed in fatigued Fe-19Ni-11Cr alloy.

Fig.4 An electron channelling contrast image of the microstructure around a crack grown in the copper polycrystal.