

## 電子顕微鏡内その場機械試験の鉄鋼材料への適用

## In-situ Electron Microscopy Mechanical Testing for Steels

谷口俊介\* Gerhard DEHM  
Shunsuke TANIGUCHI Gerhard DEHM

## 抄 録

原子レベルからマイクロメートルの階層的なマイクロ組織因子の機械的特性への寄与を理解することは先進的鉄鋼材料の開発に重要である。マイクロ組織と機械的特性の関係を明らかにする為に取り組んでいる電子顕微鏡内その場機械試験について、走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡内その場圧縮試験を析出硬化鋼に適用した事例を紹介した。本技術はマイクロ組織を抽出したマイクロメートル、サブマイクロメートルの試験片における変形挙動を明らかにするツールとして有用である。

## Abstract

Techniques of in-situ electron microscopy mechanical testing to investigate mechanical properties of hierarchal and complicated microstructures in steels are outlined. Compression tests of a precipitation hardening steel in scanning electron microscopy and transmission electron microscopy were shown as examples of the in-situ testing. The techniques are useful to understand mechanical behavior of micrometer and sub-micrometer specimens.

## 1. 緒 言

鉄鋼材料の強度や延性などの機械的特性を向上させる研究開発において、結晶粒、転位、析出物などの空間スケールの異なるマイクロ組織を定量して特性と関連付けることが重要である。例えば、強度に関しては固溶強化や析出・粒子強化、転位強化、結晶粒微細化強化というように、固溶原子、析出物、転位、結晶粒のマイクロ組織因子と結び付けられて定式化されている。しかしながら、実際の鉄鋼材料はこれらのマイクロ組織因子が全て含まれたフェライトやマルテンサイト、ベイナイト、パーライト、オーステナイトと呼ばれる各組織単位が混在している。その為、単一の組織単位における強化機構の加算性の他、各組織単位の混在の仕方に起因する強度の加算性が検討されている。

階層的な組織を定量するにはそれぞれの空間スケールで観察する手法が必要となる。そこで、アトムプローブ法、透過電子顕微鏡法 (Transmission electron microscopy: TEM)、走査電子顕微鏡法 (Scanning electron microscopy: SEM)、光学顕微鏡法、シリアルセクション法などの多様な解析手法を適用し、固溶や偏析といった原子レベル ( $10^{-10}$  m) から組織単位の分布、形状といった  $10^{-4}$  m までマ

ルチスケールで階層的マイクロ組織を解析している。一方で、従来の機械試験は  $10^{-3}$  m から  $10^{-2}$  m の大きさの試験片が主である。その中には全ての組織要素が含まれており、組織単位、マイクロ組織因子の機械的特性への寄与を議論するのは難しい。試験片サイズを微小化し、組織単位、マイクロ組織因子を抽出した形で機械試験を行う必要がある。

微小な材料を試験片とする機械試験には、試料が元々微小なワイヤーやウイスカー、蒸着膜などが供されてきた<sup>1-3)</sup>。しかし、材料中の一部を切り出して組織単位、マイクロ組織を抽出した微小試験片の機械試験を行うのは難しく、1970年代に発明された集束イオンビーム (Focused ion beam: FIB) 加工装置の発展を待たねばならなかった。FIB加工装置は集束イオンビームで試料を走査して放出される2次電子を用いて材料の組織を拡大した走査イオン顕微鏡 (Scanning ion microscopy: SIM) 像を観察し、特定箇所を狙って加工する装置である。この装置を用いて、材料中の一部を微小試験片に切り出すことが可能となった<sup>4)</sup>。 $10^{-6}$  m から  $10^{-5}$  m の大きさの試験片を用いた曲げ、引張、圧縮の機械試験、さらには  $10^{-7}$  m の大きさの試験片を用いた引張、圧縮の機械試験が報告されている<sup>4-8)</sup>。

こうした微小試験片を用いた機械試験の鉄鋼材料への適

\* 先端技術研究所 解析科学研究所 主任研究員 兵庫県尼崎市扶桑町 1-8 〒660-0891

用事例として以下のような報告例がある。Kumar らは変態誘起塑性 (Transformation induced plasticity: TRIP) 鋼や 2 相 (Dual phase: DP) 鋼におけるフェライトとマルテンサイトそれぞれの組織単位の応力-ひずみ応答をマイクロピラー圧縮試験により抽出して、マクロな試験片の変形挙動を結晶塑性有限要素法により予測するアプローチを報告した<sup>9,11)</sup>。Xie らは Nb マイクロアロイング鋼の転位とクラスターが機械的特性に及ぼす影響を TEM 内その場圧縮試験により調査した<sup>12)</sup>。

新日鐵住金(株)でも組織単位、マイクロ組織因子を抽出した微小機械試験により階層的マイクロ組織と機械的特性を結び付ける為に、SEM および TEM 内インデーター装置を導入し、鉄鋼材料への適用に向けて試験片加工条件や試験条件の確立に取り組んでいる。SEM 内その場機械試験では、単結晶における基礎的な変形挙動の他、試験片表面に現れたフェライトやマルテンサイトといった組織単位の変形挙動や粒界、粒内の変形の不均一性を評価することができる。一方で、TEM 内その場機械試験では SEM よりも微小な試験片の試験が可能であり、また十分に薄い試料では材料内部の変形挙動、転位を観察することができる。本稿では、SEM および TEM 内その場圧縮試験を析出強化鋼に適用した事例を紹介する。

## 2. SEM内その場圧縮試験

等体積球換算直径が約 7nm の TiC がすべり面上に隙間間隔約 114nm でフェライト中に析出した析出強化鋼を試験に供した。析出強化鋼の化学組成は Fe-0.05C-0.50Mn-0.1Ti-2.96Al-0.0009N (mass%) であり、溶体化後に 660°C で 8h 等温保持の TiC 析出処理を行った。フェライトの結晶格子は体心立方 (Body centered cubic: BCC) 格子である。

後方散乱電子回折法 (Electron backscatter diffraction: EBSD) で研磨面の垂直方向の結晶方位を測定した。その

情報を基に圧縮試験において単一すべりが期待される結晶方位が圧縮軸になるよう図 1 のように設定した。FIB 加工装置を用いて円形ピラーを作製した。加工に用いた Ga イオンビームは加速電圧 30kV で 16nA, 2nA, 240pA と段階的に電流量を小さくした。これは加工時間を短縮しつつ、円形ピラー上面の端部を鋭く仕上げる為である。

圧縮試験は変位開ループ制御モードとし、ひずみ速度  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  で行った。図 2 に圧縮試験の結果の例を示す。円形ピラーの直径を約 1000nm から約 2500nm まで変えて圧縮試験を行った。約 1500nm から約 2500nm までの円形ピラーは 2 つのすべり系が活動したが、直径約 1000nm の円形ピラーでは 1 つのすべり系が活動した。測定した荷重を円形ピラーの高さ方向に中央の位置の面積で除して公称応力を算出し、変位を円形ピラーの高さで除して公称ひずみを算出した。図 2c) において、いくつかのデータは応力が 0 にまで繰り返して低下しているが、これは負荷-除荷を繰り返した為である。他の試験データも含めて平均したところ、流動応力のピラー直径依存性は見られなかった。

円形ピラーの表面のすべり線、すべり方向を計算し、実際に観察されたすべり線、すべり方向と比較して活動したすべり系を決定した。図 3 のように BCC 格子で活動する  $\{110\} \langle 111 \rangle$ ,  $\{112\} \langle 111 \rangle$  のすべり系のすべり線、すべり方向を予想し、1 つのピラーを回転して SEM 内でいくつかの方向から観察した結果と比較したところ、単一のすべり系が活動したもものでは、Schmid 因子が最大の  $(01\bar{1})[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$  であり、2 つのすべり系が活動したもものでは、 $(01\bar{1})[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$  と  $(101)[1\bar{1}\bar{1}]$  であった。

Rogne らは純鉄のマイクロピラー圧縮試験を行い、流動応力のサイズ依存性を報告しており、純鉄では直径約 100nm から約 4000nm まで指数関数的に流動応力が低下することが示されている<sup>13)</sup>。一方、本実験では直径約 1000nm から約 2500nm まで流動応力がほぼ一定であった。フェラ

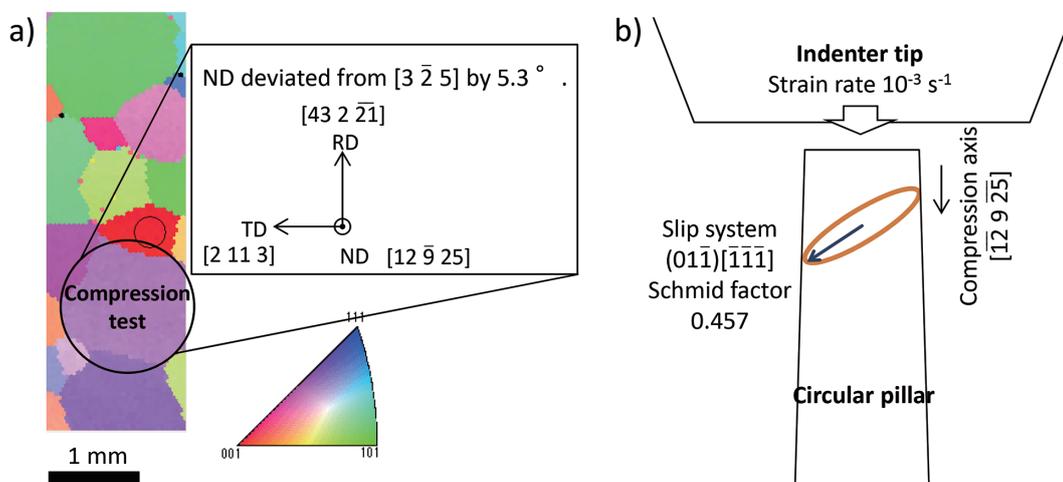


図 1 圧縮試験の設定  
a) ピラーを作製した結晶粒, b) 圧縮試験条件と期待されるすべり系  
Settings of compression test

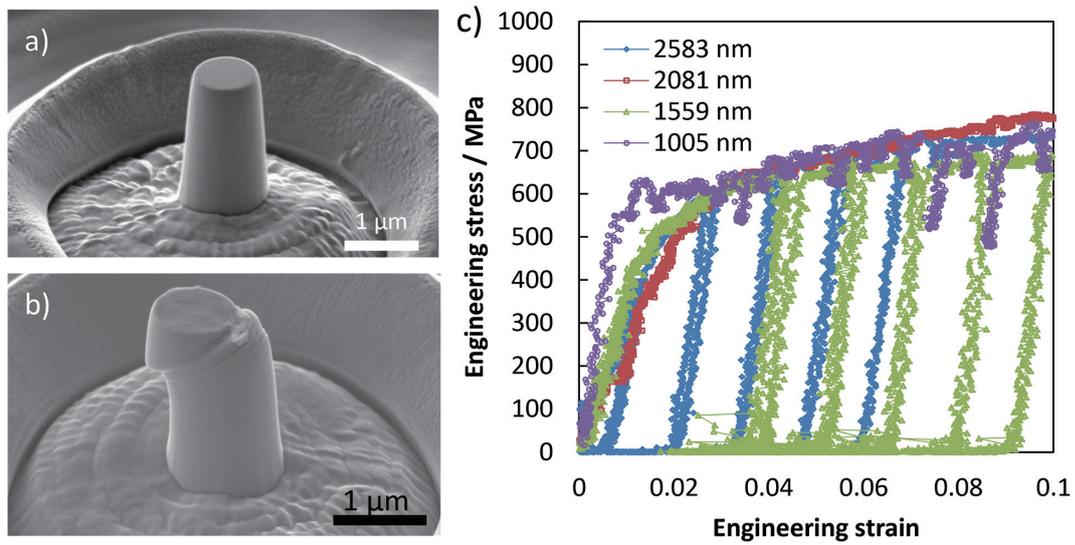


図2 SEM内その場圧縮試験  
a) 圧縮前のピラーのSEM観察例, b) 圧縮後のピラーのSEM観察例, c) 応力-ひずみ曲線  
Examples of in-situ compression test in SEM

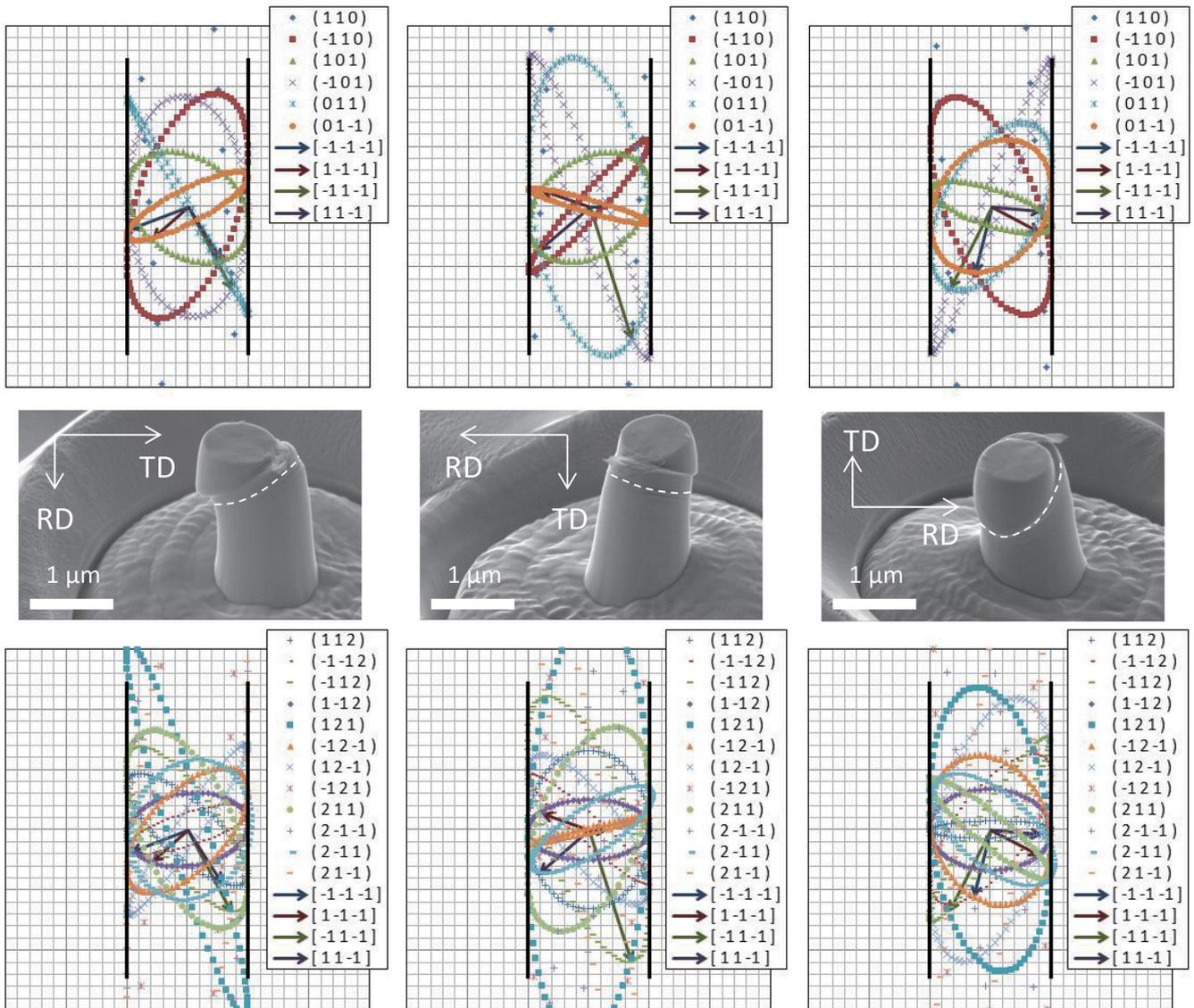


図3 円形ピラーのすべり系の解析  
Analysis of slip system of circular pillar

イト中の析出物が転位の運動を阻害し、析出物と転位の相互作用(析出強化)が今回、測定した直径の円形ピラーの塑性変形を支配していることを示唆している。酸化物分散強化型 Ni 基超合金<sup>14)</sup>や陽子ビーム照射損傷を導入した Cu<sup>15)</sup>においても、ある直径以上では流動応力がバルク材と同等の流動応力とはほぼ等しい値で一定になることが確認されている。鉄鋼材料においてもピラーの中に転位運動に対する障害物がある系ではある直径のピラーまではバルク材と同等の流動応力を評価できると考えられる。

### 3. TEM内その場圧縮試験

前述の SEM 内その場圧縮試験に供した析出強化鋼を TEM 内その場圧縮試験に供した。直径約 100nm から約 1000nm の円形ピラーを FIB 加工で作製した。加速電圧 30 kV、電流量 120pA の Ga イオンビームで加工した後に 20 pA のビームで仕上げた。圧縮試験は変位閉ループ制御モードとし、ひずみ速度  $10^{-3}\text{s}^{-1}$  で行った。荷重-変位の公称応力-公称ひずみへの変換は前述の SEM 内その場圧縮試験と同じである。

図 4 は TEM 内その場圧縮試験で得られた公称応力-公称ひずみ曲線の例である。直径が小さくなるほど、流動応

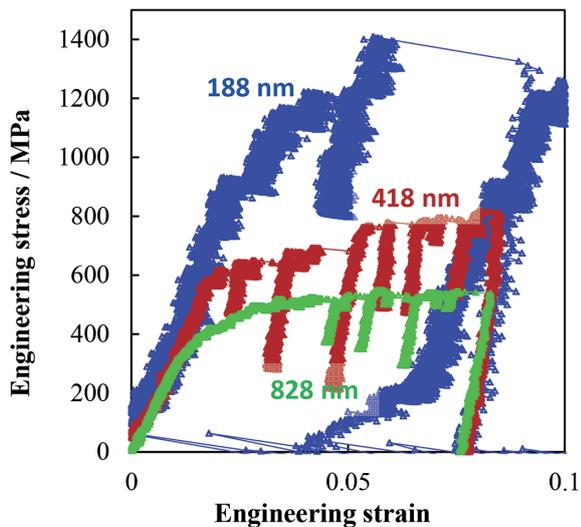


図 4 円形ピラーの TEM 内その場圧縮試験で得られた応力-ひずみ曲線

Engineering stress and strain curves of compression test in TEM

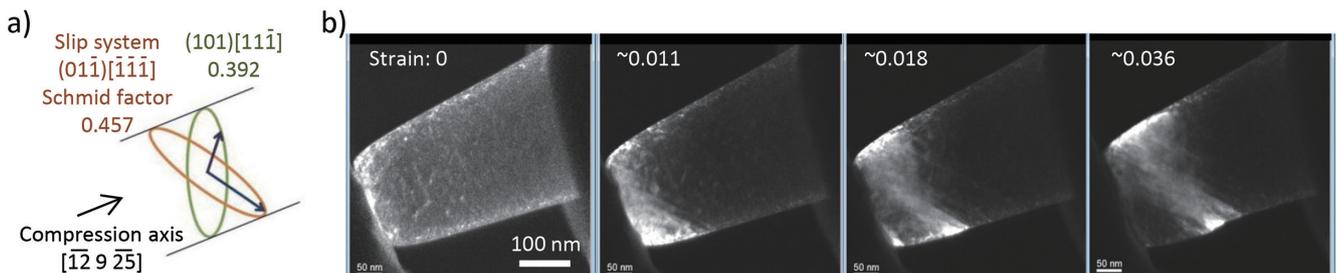


図 5 TEM 内その場圧縮試験における変形の様子  
Deformation behavior during compression test in TEM

力が上昇し、Strain burst と呼ばれる変位制御モードでの応力-ひずみ曲線における瞬間的な応力の低下が大きくなっている。37本の円形ピラーの SEM 内、TEM 内その場圧縮試験結果では約 330nm より大きい直径では流動応力が平均してほぼ一定、小さい直径では指数関数的依存性を示すというように流動応力のピラー直径依存性が遷移することが明らかとなった。

図 5 に TEM 内その場圧縮試験中の変形の様子を示す。図 5a) は図 5b) の暗視野 TEM 像で観察されたすべり系を図示したものである。ひずみ量 0.018 の像で顕著であるが、Schmid 因子が最大の  $(01\bar{1})[\bar{1}1\bar{1}]$  と  $(101)[11\bar{1}]$  の 2 つのすべり系が活動したように見える。しかしながら、さらに圧縮を進めた際に大きく変形したのは、ひずみ量 0.036 の像で見えるように  $(01\bar{1})[\bar{1}1\bar{1}]$  のすべり系であった。これは、ピラーにテーパーがあることや変形が進む中で圧子と接触した領域が図中右下方向にずれることで一軸圧縮からずれることに起因すると考えられる。

このように、TEM 内その場機械試験ではピラー内のすべりの挙動をより詳細に観ることが可能である。ただ、電子ビームが十分に透過するほどに小さいサイズのピラーを作製するのが難しく、良質な像を得ることができていない。試料調整方法の確立は今後の課題である。

### 4. 結 言

本稿では、マイクロ組織と機械的特性を関連付ける手法として新日鐵住金で取り組み始めた電子顕微鏡内その場機械試験技術について、SEM と TEM 内その場圧縮試験を析出強化鋼に適用した例を紹介した。転位運動の障害物を含む材料系ではある直径まではバルクと同等の流動応力を評価できること、TEM 内その場機械試験でピラー中のすべりの詳細を観察できることを示した。今後、本技術を TRIP 鋼や DP 鋼など各種の鋼材に適用し、階層的なマイクロ組織と機械的特性の関係を明らかにするツールとして活用できると期待している。

#### 参考文献

- 1) Taylor, G.F.: Phys. Rev. 23, 655 (1924)
- 2) Brenner, S.S.: J. Appl. Phys. 27, 1484 (1956)

- 3) Neugebauer, C.A.: J. Appl. Phys. 31, 1096 (1960)
- 4) Uchic, M.D., Dimiduk, D.M.: Mater. Sci. Eng. A. 400-401, 268 (2005)
- 5) Jaya, B.N. et al.: J. Mater. Res. 30 (5), 686 (2015)
- 6) Kiener, D. et al.: Acta Mater. 56, 580 (2008)
- 7) Kiener, D. et al.: Adv. Eng. Mater. 14 (11), 960 (2012)
- 8) Kiener, D., Minor, A.M.: Acta Mater. 59, 1328 (2011)
- 9) Ghassemi-Armaki, H. et al.: Acta Mater. 61, 3640 (2013)
- 10) Ghassemi-Armaki, H. et al.: Acta Mater. 62, 197 (2014)
- 11) Srivastava, A. et al.: J. Mech. Phys. Solids. 78, 46 (2015)
- 12) Xie, K.Y. et al.: Acta Mater. 61, 439 (2013)
- 13) Rogne, B.R.S., Thaulow, C.: Mater. Sci. Eng. A. 621, 133 (2015)
- 14) Girault, B. et al.: Adv. Eng. Mater. 12 (5), 385 (2010)
- 15) Kiener, D. et al.: Nat. Mater. 10, 608 (2011)



谷口俊介 Shunsuke TANIGUCHI  
先端技術研究所 解析科学研究部  
主任研究員  
兵庫県尼崎市扶桑町1-8 〒660-0891



Gerhard DEHM  
Director, PhD  
Max-Planck-Institut für Eisenforschung GmbH