

科学研究費助成事業（基盤研究（S））公表用資料
〔平成31年度（2019年度）研究進捗評価用〕

平成28年度採択分
平成31年3月11日現在

原子配列の秩序性に基づく材料強度科学研究基盤の創成と
材料強度劣化損傷因子の解明

Establishment of Scientific Basis of the Strength and Reliability
Materials Based on the Order of Atom Arrangement and Its Application
to the Explication of the Degradation Process of Various Materials

課題番号：16H06357

三浦 英生 (MIURA, HIDEO)

東北大学・大学院工学研究科・教授



研究の概要

原子配列の秩序性の変化に伴う材料強度の劣化という視点に基づき、ひずみ誘起異方的増速拡散現象に基づく、原子空孔や不純物原子などの点欠陥や転位の運動に代表される線欠陥の発生・増殖による原子配列の秩序性の変化を可視化するとともに、その原子配列の秩序性の変化と材料強度物性の相関性を解明する「材料強度科学」という新たな学術基盤の創成を目指す。

研究分野：工学

キーワード：ナノマイクロ材料力学

1. 研究開始当初の背景

地球温暖化防止対策を推進する上で、CO₂排出の主要因であるエネルギー機器の高効率化は必須課題であり、そのために動作環境の高温化と例えばタービン運転速度の高速化に伴う機器動作環境における力学的負荷の増加は避けられない。エネルギー機器に使用される耐熱合金では、様々な材料強化機構が適用され、単なる組成制御に留まらず、ナノスケールでの分散強化、析出強化などの微細組織制御が多結晶材料の結晶内部と結晶粒界いずれにおいても適用されている。これまでの構造機器の寿命設計は、材料強度は材料定数と考え機器の使用環境において生じる負荷を推測し、例えば疲労寿命曲線（材料定数）を用いて寿命評価を行う、あるいは想定寿命に基づき負荷が所定の値以下となるように動作環境を制御する、という考え方がなされてきた。

しかし、使用環境の過酷化に伴い、機器の動作環境において構造材料内部で原子拡散が活性化し、強化機構が崩壊、消失するという現象の発生が研究レベルでは報告され始めている。この組織変化は強度低下を引き起こし、急速に亀裂が発生、進展し破断に至っている。今後高温高負荷環境で使用される各種耐熱合金では、その強化機構である分散析出強化組織がひずみ起因の構成原子の異方的増速拡散現象により崩壊（消失）する危険性があり、その定量的な発生メカニズムを解明することは各種機器の長期信頼性保証、すなわち安全で安心な社会の構築には不可欠である。

2. 研究の目的

本研究においては、地球温暖化防止対策に資する次世代エネルギー機器の高効率化に不可欠な、機器動作環境の過酷化（高温高負荷化）に起因して生じる構造材料の強化微細組織のナノスケールでの崩壊過程の可視化技術と、高温強度劣化過程の測定技術の開発を目的とする。特に、原子配列の秩序性の変化に伴う材料強度の劣化という視点に基づき、ひずみ誘起異方的増速拡散現象に基づく、原子空孔や不純物原子などの点欠陥や転位の運動に代表される線欠陥の発生・増殖による原子配列の秩序性の変化を可視化するとともに、その原子配列の秩序性の変化と材料強度物性の相関性を解明する「材料強度科学」という新たな学術基盤の創成を目指す。

3. 研究の方法

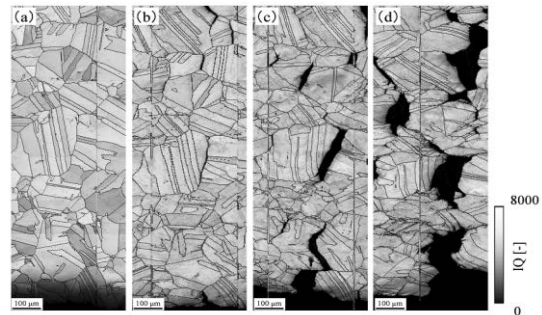
本研究では、微小強度試験片を用いた高温クリープ疲労試験を実施し、各種耐熱合金の強化組織の崩壊（消失）メカニズムを、構成元素のひずみ誘起異方的増速拡散現象という視点で定量的に解明する計測・評価システムを開発する。多波長レーザー光を試験片表面で走査し、その反射強度分布変化から個別元素拡散を可視化するシステムを開発するとともに、原子配列の秩序性という概念を導入し、材料の損傷を従来の転位論に基づく塑性変形に限定せず、特定元素や原子空孔の異方的な拡散や局所的なひずみ場の影響などを統合的に評価し材料組織と強度劣化機構を定量的に繙く破壊予知と破壊防止技術を確立する。

4. これまでの成果

電子線後方散乱回折 (EBSD: Electron Back-Scatter Diffraction)法を応用し、電子顕微鏡内に挿入可能な微小試験片を用い、高温高負荷環境における試験片内の組織変化を連続的に観察する技術を確認した。原子配列の秩序性は、原子空孔、転位、不純物や局所ひずみの存在によって発生する材料の格子定数 (原子面間距離) の局所的なゆらぎを、回折像の鮮明度を分析することで定量化し、統合欠陥密度という指標として **Image Quality (IQ) 値** という概念を提案した。この概念は従来は回折情報の信頼性指標としてしか取り扱われてこなかったが、EBSD法の活用により試験片表面の汚染物や加工損傷除去を安定して制御する独自の化学機械研磨技術を開発するとともに、電子顕微鏡の使用条件として電子の加速電圧、電磁対物レンズの電磁界調整、焦点位置制御など材料ごとに安定して再現性の高い測定条件の探索決定手法も構築することで、このIQ値を統合欠陥密度指標として定量的に取り扱える結晶性 (原子配列の秩序性) 評価パラメータとして再定義した。このIQ値を用いて、高温クリープ疲労負荷環境におけるNi基超合金Alloy617の劣化損傷進行過程を可視化した例を図1に示す。図は同一観察領域におけるIQ値の分布をGray Scaleで示したもので、黒色から白色に向かって高IQ値を示している。また t/tr は破断寿命で規格化した試験時間である。従来単純クリープ負荷環境では初期亀裂は本規格化時間で0.9以降で発生することが知られていた負が、クリープ疲労負荷環境では0.5未満で複数の粒界で初期割れが発生していることを可視化できている。また、割れが発生した粒界と割れが発生しなかった粒界あるいは結晶では、IQ値の劣化 (統合欠陥密度の増加) 速度が大きく異なることを図2に示すように明らかにした。さらに、発生寿命によらず、全ての粒界割れが発生する臨界IQ値 (約5300) が存在することも実証した。この臨界値は負荷条件に依存せず、単純クリープ負荷環境でも同一条件で全ての粒界割れが発生することを確認実証した。したがって、クリープあるいはクリープ疲労環境では、急激に粒界強度が劣化する現象が存在していることを確認した。このように材料の劣化損傷過程を連続的に可視化、分析することで、材料強度の劣化支配因子を特定するとともにその現象を定量的に把握することも可能であることを改めて確認実証できたものと考えている。本結果からも開発した原子配列の秩序性の変化の可視化と定量的な評価技術は汎用的な技術であり、多くの多結晶材料に適用できる重要な基盤技術になるものと確信している。

5. 今後の計画

今後は開発した原子配列の秩序性変化に



(a) $t/tr=0$ (b) $t/tr=0.5$ (c) $t/tr=0.8$ (d) $t/tr=0.95$
図1 クリープ疲労損傷進行過程の可視化例

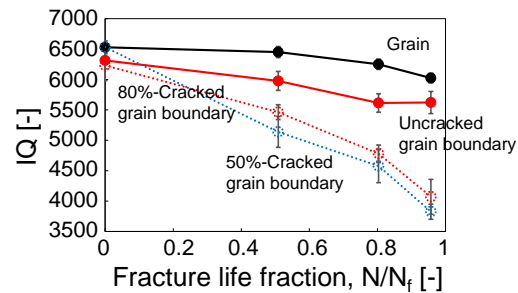


図2 クリープ疲労負荷環境でのIQ値の劣化状況

基づく各種材料の高温劣化損傷挙動の支配因子メカニズム解明を推進する。特にNi基超合金において明らかになった特定結晶粒界への原子空孔や転位の異常集積と結果として生じている粒界強度の著しい減少機構を物理化学的に解明し、その劣化挙動を応力 (ひずみ) 依存の増速拡散現象 (活性化エネルギーの低下) という視点から定式化する。

6. これまでの発表論文等 (受賞等も含む)

- 1) Wataru Suzuki, Akari Sawase, Ken Suzuki, Hideo Miura, "Degradation of the Strength of a Grain Boundary in Ni-Base Superalloy Under Creep-Fatigue Loading", *Structural Integrity*, vol. 5, (2018), pp. 227-232.
- 2) Taichi Shinozaki, Ken Suzuki, and Hideo Miura, "Disappearance of Martensitic Strengthened Micro-Texture in Modified 9Cr-1Mo Steel Caused by Stress-Induced Acceleration of Atomic Diffusion at Elevated Temperatures", *Advances in Fracture and Damage Mechanics*, vol. XVII, (2018), pp. 31-35.
- 3) 三浦 英生, 平成29年度科学技術分野の文部科学大臣表彰, 科学技術巨賞 (研究部門)

7. ホームページ等

<http://www.miura.rift.mech.tohoku.ac.jp/home.htm>