

審　査　の　結　果　の　要　旨

氏　名　近藤　隼

本論文では材料変形中の粒界と転位の相互作用の動的過程、メカニズム、粒界性格依存性について、透過型電子顕微鏡(TEM)を用いた応力印加その場観察法による解析を中心に詳細に論じられている。結晶性材料の機械特性を理解するためには、変形中の転位挙動を解明することが必要不可欠である。実際の材料変形においては、転位の運動は材料内部の他の格子欠陥の存在に大きく影響され、特に多結晶体では粒界と転位の相互作用が結晶塑性を決定づける要因となる。古くから粒界と転位の相互作用については数多くの研究がなされ、多数の相互作用モデルが提案されてきた。一方、実際の材料変形中における相互作用については、粒界-転位相互作用が微視的かつ動的な現象であるため実験的知見が不足しており、未だ未解明な点が多いのが現状である。これらを踏まえて、本研究ではTEM内で試料に局所的な圧縮応力を印加することが可能なTEMナノインデンテーション法を用いて塑性変形中の粒界と転位の相互作用のその場観察を行っている。また試料として双結晶試料を用いることにより、粒界性格毎の相互作用メカニズムを系統的に解析し、粒界-転位相互作用の粒界性格依存性について詳細に議論している。

本論文は6章から構成されている。

第1章の序論では、転位及び結晶粒界の基礎的な幾何学的、弾性的特性について記述し、これまでに報告された粒界と転位の相互作用に関する実験や理論計算等の研究を概説している。また、それらを踏まえた上で本研究の位置づけや必要性、新規性を示し、本研究の目的について述べている。

第2章では、モデル材料にチタン酸ストロンチウム(SrTiO_3)を選択し、単結晶試料に対してTEMナノインデンテーションを行うことで、変形中の転位挙動のその場観察法の確立と単結晶中の転位挙動の解明を行っている。その結果、適切なモデル材料と観察条件を選択することで、微視的かつ動的な転位挙動を適確に観察することに成功した。また、TEMナノインデンテーション法を用いた転位挙動の動的観察と変形後の試料の詳細な転位構造解析と組み合わせることで、 SrTiO_3 の転位の伝播挙動を明らかにした。

第3章では、次章でモデル粒界の一つとして用いる(100)小角ねじり粒界について、粒界面上に形成される転位配列のTEM解析がなされている。実験では粒

界を plan-view 方向から TEM 観察することで転位配列の決定に成功した。粒界面上には両結晶の相対方位差を補償するために、らせん転位が正方状のネットワーク構造を形成していることが分かった。また、らせん転位ネットワークの 4 本の転位が結合したノードは拡張しており、ノード内部に積層欠陥を形成していることが明らかとなった。

第 4 章では、TEM ナノインデンテーション法を用いて小傾角粒界及び小角ねじり粒界と格子転位の相互作用の動的観察を行い、相互作用メカニズムについて詳細に検討されている。小傾角粒界と格子転位の相互作用では、格子転位であるらせん転位が粒界を跨いで他方の結晶粒に伝播する様子を明瞭に観察することに成功した。らせん転位の伝播は小傾角粒界面上の粒界刃状転位との切り合いによって進行し、その結果、粒界刃状転位上にジョグが形成されることが分かった。また、切り合い過程の中間状態では、らせん転位は粒界刃状転位上のジョグと結合反応を起こすことで部分的に混合転位となることが示された。さらに、TEM ナノインデンテーション実験では小傾角粒界がらせん転位の伝播を多少妨げている様子も観察された。これは上記の転位結合反応によって転位の自己エネルギーが低下することに起因し、小傾角粒界がらせん転位のトラッピングサイトとして振舞っていることが明らかとなった。次に小角ねじり粒界とらせん転位の相互作用の動的観察では、小傾角粒界と比較してらせん転位の運動を粒界が大きく妨げる様子が観察された。これは小角ねじり粒界面上に存在するらせん転位ネットワークとらせん格子転位の切り合いによってらせん格子転位上にジョグが形成されるためであると考えられた。

第 5 章では、モデル粒界に $[010](30\bar{1})\Sigma 5$ 対称傾角粒界を用いて、大角粒界と格子転位の相互作用の直接観察を行っている。小傾角粒界とは大きく異なり、格子転位は粒界面上に堆積する様子が観察された。これは粒界の相対方位差の大小が転位の伝播の阻害に大きな影響を及ぼすことを示しており、転位の伝播の際に形成される粒界残留転位の形成エネルギーの差異に起因する現象であると考えられた。

第 6 章は総括である。

このように、本論文は機械特性を決定付ける粒界-転位相互作用に関して、個々の転位が粒界と相互作用する動的過程を明瞭に捉え、相互作用メカニズムを詳細に解明することに成功している。また、粒界性格の差異が転位挙動にどのような影響を及ぼすかについて系統的に解析しており、優れた機械特性を有する構造材料の設計における基礎的知見になると評価できる。よって本論文は博士（工学）の学位請求論文として合格と認められる。