

## 材料強度の源の直接観察に成功！

～転位と粒界の相互作用のリアルタイム観察～

### 1. 発表者

幾原雄一（東京大学大学院工学系研究科総合研究機構 教授）

柴田直哉（東京大学大学院工学系研究科総合研究機構 准教授）

近藤隼（京都大学構造材料元素戦略研究拠点 特定研究員）

### 2. 発表のポイント

◆透過電子顕微鏡(TEM)を用いた応力印加その場観察法（注1）により、変形を担う転位（注2）と結晶粒界（注3）が相互作用する様子をリアルタイム観察することに成功し、その動的過程やメカニズムが粒界の種類によって大きく変化することを突き止めた。

◆粒界における結晶粒方位の変化に起因して、転位伝播する粒界と転位の障壁となる粒界が存在することを見出した。後者の場合、転位はその粒界で堆積し、材料強度を大きく向上させることが分かった。

◆転位-粒界相互作用は、粒界の構造と方位に大きく依存することが分かった。これは粒界毎に材料強度に与える影響が異なることを示唆しており、粒界方位・構造を制御することによって高強度材料が創製できることを意味している。

### 3. 発表概要

材料の強度は結晶粒径が小さいほど向上することが知られており、変形を担う転位の伝播が粒界により阻害されるためであると考えられています。粒界における転位の伝播阻害過程はナノスケールかつ動的に進行する現象のため、これまでその様子を直接観察することが困難であり、粒界が転位伝播を阻害する起源は明らかになっていませんでした。しかし、このような材料強度の結晶粒径依存性は構造材料において普遍的に見られる現象であり、今後の高強度材料創製のためには、粒界の存在が転位運動、さらには材料強度に与える影響を明らかにすることが不可欠です。

東京大学大学院工学系研究科総合研究機構の幾原雄一教授、柴田直哉准教授、及び京都大学構造材料元素戦略研究拠点の近藤隼特定研究員のグループは、TEMを用いたナノスケールの応力印加その場観察（注1、図1）を行うことで、運動する転位と粒界の動的相互作用をリアルタイムで可視化することに成功しました（図2）。従来、転位の伝播阻害は粒界において結晶方位が変化することに起因すると考えられており、粒界は転位運動に対する障壁として振舞っていると考えられてきました。しかし、粒界における転位の伝播阻害過程を詳細に解析した結果、上記に加えて粒界はその特異な原子構造により転位を粒界面上で安定化させ、転位をトラップすることが明らかとなりました。そして、このようなトラッピングの効果により転位の伝播が妨げられることが分かりました。また、構造が異なる

る粒界に対して伝播阻害過程を観察したところ、異なる粒界では転位の伝播阻害の度合いも大きく異なることが明らかとなりました（図2）。この結果は、粒界毎に材料強度に与える影響が異なることを示唆しています。本研究成果は粒界の材料強度特性への影響に関して基礎的知見を与え、今後、粒界制御により同一材料でも高強度な構造材料を創製するための設計指針に繋がる重要な成果です。

本研究は、文部科学省元素戦略プロジェクト構造材料元素戦略研究拠点(ESISM)の助成のもと東京大学と京都大学の共同で行った研究成果であり日本時間11月12日（土）午前4時（米国東部時間：11日（金）午後2時）に米国科学誌「Science Advances」（電子版）で公開されます。

#### 4. 発表内容

##### <研究の背景と経緯>

構造材料は製品の形状を保持するために用いられる材料であり、製品が変形・破壊しないために強度が要求されます。材料の強度は変形を担う転位の運動のしやすさと関係しており、転位が動きにくい材料では高い強度を有します。これまでに結晶粒径が小さいほど、すなわち結晶粒界の密度が増加するほど材料の強度が向上することが経験的に知られていました。これは転位の伝播が粒界によって阻害されるためであると考えられます。しかし、なぜ粒界が転位の伝播を阻害するのかは分かっていませんでした。この要因として、転位がナノスケールの構造であり、かつ粒界との相互作用が動的に進行するため、相互作用の様子を直接捉えることが困難であることが挙げられます。

##### <研究の内容>

本研究チームは、TEM内で材料に力を加えながら観察を行う応力印加その場観察法の一つであるTEMナノインデントーション法（図1）を用いて、ナノスケールの構造である転位と粒界の動的相互作用をリアルタイムで可視化し、粒界が転位伝播を阻害する起源の解明を試みました。従来、粒界で結晶粒方位が変化することに起因して、粒界は転位の運動に対する「壁」として振舞うと考えられてきました。しかし、本研究から粒界に形成される特異な原子構造が転位をトラップする「落とし穴」として振舞うことが明らかとなり、この「落とし穴」の存在が転位の伝播を妨げることが分かりました。本結果は、従来考えられてきた結晶粒方位の幾何学的影響だけでは転位との相互作用を考える上で不十分であることを意味しており、粒界の存在が材料強度に与える影響を考える上で基礎的知見となると考えられます。

また、構造の異なった複数の粒界に対して転位の伝播阻害過程を観察したところ、構造が異なる粒界では転位伝播に与える影響も大きく異なることが明らかとなりました（図2）。この結果は粒界毎に材料強度に与える影響が異なることを示唆しています。これは粒界を制御することにより材料強度の向上を図ることができることを示しており、本研究成果は

今後の高強度構造材料創製の設計指針を与える重要な成果です。

### <社会的意義・今後の展望>

ものづくりには高い強度を有する構造材料が必要不可欠であり、小さなデバイスから大きな建造物まで莫大な量の構造材料が用いられています。このため、さらに高度なものづくりを実現するには、限りある資源のもとで高強度な構造材料を開発することが必須課題です。本研究では、これまで不明であった粒界が転位の運動に与える影響の起源が明らかとなり、粒界を制御することで材料強度を制御できる可能性が示されました。今後、「どのような粒界が材料強度を向上させるのか」が解明されることが期待されるとともに、希少元素の添加や材料そのものを代替することなく高強度な構造材料の創製が期待されます。

### 5. 発表雑誌

雑誌名：米国科学誌「Science Advances」（日本時間：11月12日午前4時）

論文タイトル：“Direct observation of individual dislocation interaction processes at grain boundaries”

（結晶粒界と転位の相互作用過程の直接観察）

著者：Shun Kondo, Tasuku Mitsuma, Naoya Shibata, and Yuichi Ikuhara\*

### 8. 問い合わせ先

東京大学大学院工学系研究科総合研究機構

教授 幾原 雄一（イクハラ ユウイチ）

〒113-8656 東京都文京区弥生 2-11-16

東京大学大学院工学系研究科総合研究機構

准教授 柴田 直哉（シバタ ナオヤ）

〒113-8656 東京都文京区弥生 2-11-16

京都大学構造材料元素戦略研究拠点

特定研究員 近藤 隼（コンドウ シュン）

〒113-8656 東京都文京区弥生 2-11-16

### 9. 用語解説：

注1：透過電子顕微鏡(TEM)応力印加その場観察法

TEM内で試料に力（応力）を加え（応力印加）、動的な構造変化を直接観察する方法。TEMは高い分解能を有しているため微細構造解析に適しており、通常は静的な構造観察が主で

ある。本手法では、特殊な試料ホルダーを用いて TEM 内で試料への応力印加を可能にすることで、変形・破壊などの外部応力により引き起こされる動的現象を動画として捉えることができる。本研究では特に TEM ナノインデンテーション法を用いた。TEM ナノインデンテーション法は TEM 内で試料に針状の圧子（インデント）を挿入し、局所的な応力を加えることが可能である。

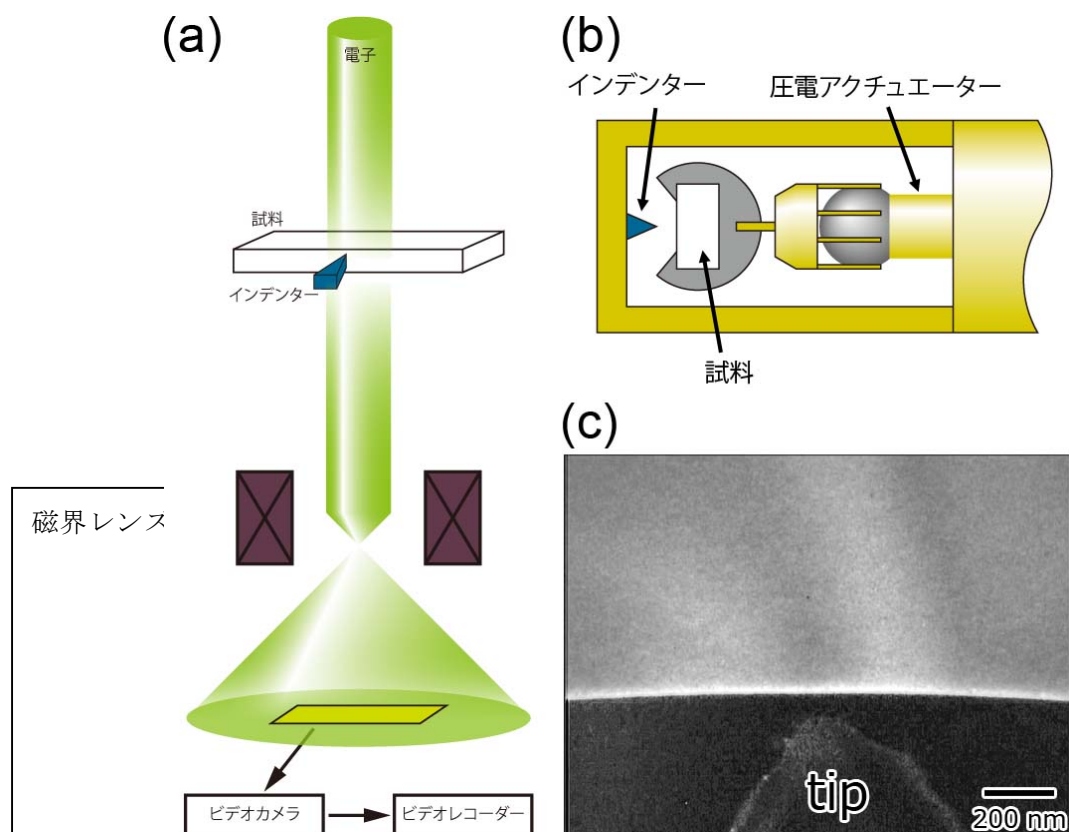
### 注 2： 転位

結晶が外部応力などにより変形する際に、原子レベルでずれた部分とずれていない部分の境界に導入される線状の格子欠陥。変形はある格子面を境に一方の結晶がずれることで進行する。しかし一方の結晶内の原子が同時にずれるわけではなく、ずれた部分とずれていない部分の境界線である転位が移動することで変形が進行する。

### 注 3： 結晶粒界

多結晶体において結晶粒同士の境界に形成される面上の格子欠陥。多結晶体は原子が規則正しく並んでいる結晶粒とそのつなぎ目にあたる粒界で構成される。粒界を挟んだ両側の結晶粒は結晶方位が異なっている。また、粒界は結晶粒内とは異なる原子構造を形成している。

## 10. 添付資料



## 図1 透過電子顕微鏡 (TEM) による応力印加その場観察法の概要

(a) TEM ナノインデンテーション法及びそれに用いた(b)特殊試料ホルダーの模式図。試料を透過した電子線は磁界レンズによって拡大され結像される。この像を TEM 用ビデオカメラにて動画として記録することで応力下での動的な現象をリアルタイムで可視化することが可能となる。(b)に示したように、固定されたダイヤモンド製の圧子 (インデンター) に試料を圧電駆動により押しつけることで応力を印加する。(c)実際に撮影されたインデンテーション直前の像。下部の三角形のコントラストがインデンターであり、上部が試料である。

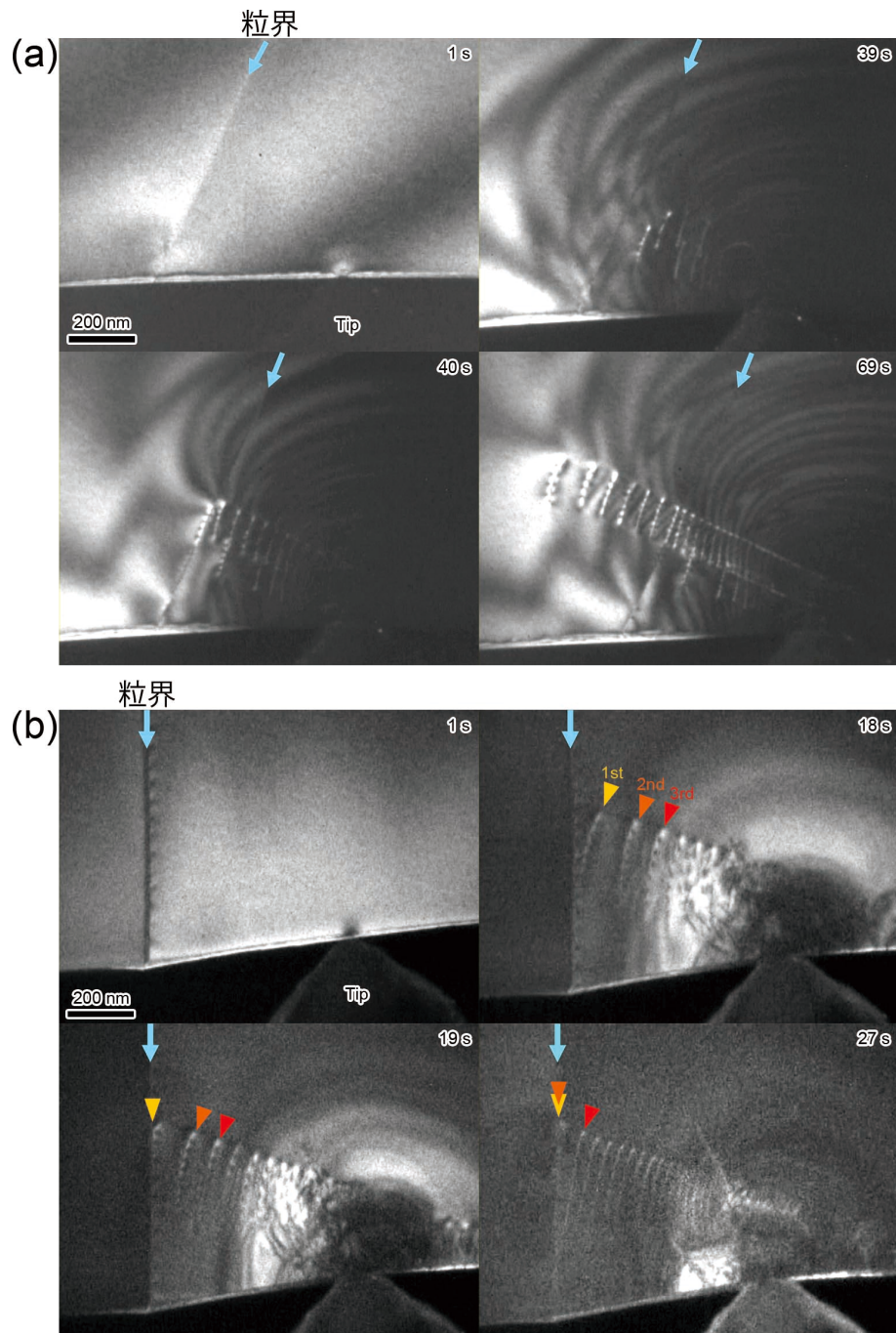


図2 粒界と転位の動的相互作用のその場観察結果（ビデオのキャプチャー像）

(a) 両側の結晶粒の方位差が  $1.2^\circ$  の小傾角粒界の場合及び (b) 方位差が  $36.9^\circ$  の大傾角粒界の場合。小傾角粒界では転位はほとんど阻害されずに伝播するので、強度の向上に寄与しない。一方、大傾角粒界の場合、転位伝播は粒界によって大きく阻害され、転位が粒界に堆積していることが分かる。この転位堆積が材料強度の向上に大きく寄与している。

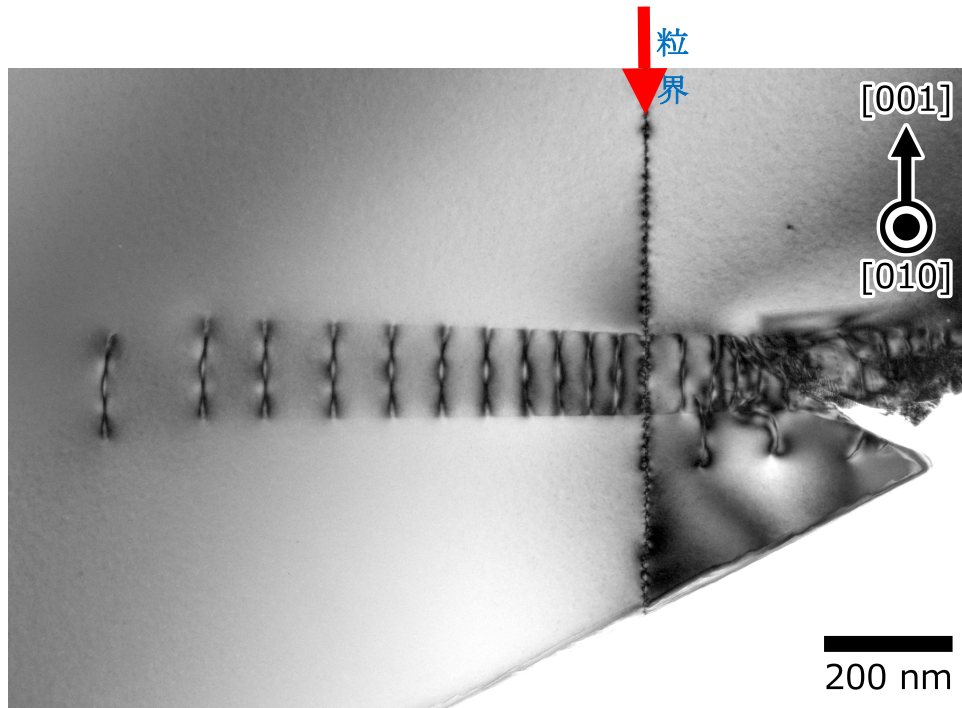


図3 粒界を貫通した10個の転位その場観察結果

この視野は、両側の結晶粒の方位差が $1.2^\circ$ の小傾角粒界である。右側の結晶粒から発生した転位10個が、粒界を横切って左側の結晶に伝播している様子が観察できる。この小角粒界は強度向上に寄与しない。