

氏名	井上 喬仁
学位の種類	博士（工学）
学位記番号	自博甲第17号
学位授与年月日	令和8年3月19日
学位授与の要件	学位規則第4条第1項
文部科学省報告番号	甲第881号
専攻名	創成理工学専攻
学位論文題目	鉄系材料における変形・破壊要素過程の透過電子顕微鏡法による研究 (Study of elementary processes of the deformation and fracture in iron-based materials using transmission electron microscopy)
論文審査委員	主査 島根大学教授 新城 淳史 島根大学教授 荒河 一渡 島根大学教授 森戸 茂一

論文内容の要旨

金属材料は、自動車をはじめとする輸送機器や橋梁の構造部材、原子炉の構造材料、モーターの鉄心材等で使用され、我々の生活や社会インフラを支える重要な材料である。これらは長期間の荷重や様々な環境に曝されるため、それに耐えうる機械的性質を持つ材料の設計・開発が常に求められる。

結晶性金属における変形の起源は、結晶内部の「転位」と呼ばれる結晶格子欠陥が移動することにあると知られている。ある結晶にせん断応力を印加すると転位が特定の結晶面を移動することで塑性変形が起こり、やがて破壊に至る。一方、結晶とは異なり不規則な原子配列をもつ非晶質金属は、「せん断帯」の核生成と伝播が変形を局所化するために破壊が急激に起こるとされている。以上のことから、金属材料の機械的性質を制御するためには、材料内部の欠陥挙動をマイクロ-ナノスケールにまで遡って明らかにする必要がある。

欠陥挙動の観察には、透過型電子顕微鏡（transmission electron microscope: TEM）が威力を発揮する。TEM は、試料に透過させた電子を用いて試料内部の観察や結晶構造解析・元素分析が可能な装置である。特に、TEM 観察の手法の一つである TEM その場観察は、試料の時間変化を観察することができ、詳細な材料特性の分析・評価を行うための強力な手法である。

本研究は、鉄系材料における変形と破壊の要因となる、格子欠陥そのものの挙動、格子欠陥同士の相互作用、に関して、新たに開発された原子分解能無磁場 TEM を用いて、それぞれの詳細を明らかにすることを目的とした。

本稿は5章から構成されている。

第1章では、本研究に必要な基礎事項と研究目的を述べた。

第2章では、原子分解能無磁場電子顕微鏡（MARS）について述べた。新しく開発された MARS は、従来の TEM とは異なり、無磁場環境で TEM 観察を行うことを可能にした。これにより従来困

難であった鉄系材料のような磁性材料の TEM 観察を非常に容易にし、あたかも非磁性材料のような感覚で操作することができるようになった。また、新しくワイドギャップタイプの対物レンズが開発されたことにより、TEM ホルダー傾斜の制限が相当程度無くなり、回折コントラスト法で引張や加熱環境でその場観察できるようになった。磁性材料の様々な TEM/STEM 観察が可能な無磁場電子顕微鏡の活用は、ナノ原子レベルでの磁性材料の動的挙動の解明に極めて重要な役割を果たすと考えられる。筆者は、開発された MARS を用いて、純鉄の TEM 明視野像および暗視野像の撮影を行った。

第 3 章では、結晶性金属における転位の二重交差すべりによる欠陥形成の TEM その場観察について示した。金属材料の延性破壊過程を理解する上で、塑性変形における空孔形成機構に対する正確な知見は、極めて重要である。本研究では、高純度鉄の高温引張変形下における、らせん転位の二重交差すべりによる微小プリズマティック転位ループ形成過程を TEM その場観察し、新たな「動的型判定法」により、微小転位ループの型判定をおこなった。本研究で提案した「動的型判定法」は、従来法では型判定が不可能であった、コントラストが不明瞭な微小転位ループへの適用を可能とするものである。本手法を実験結果に適用した結果、高温引張変形下において形成される微小転位ループの型は「空孔型」であることを明らかにした。これは、高温での二重交差すべりによる転位ループ形成過程が塑性変形における空孔形成メカニズムの一つとなることを示唆するものであり、鉄系材料の延性破壊プロセスを理解する上で重要な結果である。

第 4 章では、結晶性金属における転位と転位ループ間相互作用の TEM その場観察について述べた。原子炉・核融合炉の構造材料は、転位ループのような照射誘起格子欠陥が転位のすべりの障害物となって材料の硬化・脆化を引き起こすことが知られる。転位と転位ループのような照射誘起欠陥との相互作用は、Molecular Dynamics (MD) simulation による研究が主に行われてきたが、TEM その場観察による研究は極めて少ない。さらに核融合炉で使用されるフェライト/マルテンサイト鋼の最高使用温度は約 770-850 K であることから、高温における知見が非常に重要である。本研究では転位と個々の転位ループとの相互作用に着目し、室温および高温において引張変形 TEM その場観察を行った。その結果、(1) ピン止め解除後のループの挙動は 5 つの種類に分岐すること、(2) 転位反応タイプの選択は、いくつかの例外を除き、転位-ループの接触を記述するパラメーターに基づいて決定論的に生じるのではなく、基本的に熱揺らぎに起因して確率的に生じること、(3) 従来の常識とは異なる障害物強度とピン止め時間の異常な温度依存性、が明らかになった。これらの知見は、高温における照射されたフェライト鋼の機械的劣化の観察を解釈する上で重要であると期待される。

第 5 章では、本研究の総括を行った。

論文審査結果の要旨

申請者の学位論文の概要は以下の通りである。

論文の第 1 章では、持続可能社会における鉄系材料の重要性、金属の変形と破壊、金属の変形を担う線状欠陥である転位等の原子配列の乱れ（格子欠陥）、および格子欠陥を原子～ナノレベルで観察するための透過型電子顕微鏡法（TEM）についての概説がなされ、鉄系材料の変形・破壊の要素過程を TEM その場観察法を用いて明らかにするに至った背景が述べられた。

第 2 章では、本研究で活用された原子分解能無磁場電子顕微鏡について述べられた。新たな光学系の開発により、従来は極めて困難もしくは不可能であった、鉄のような強磁性材料の変形・破壊過程の TEM その場観察を容易もしくは可能にしたことを示した。

第3章では、鉄の高温変形下において、転位が微小なナノ欠陥（転位ループ）を形成する過程のその場観察に初めて成功したことを示した。そのような微小欠陥の型（空孔型／格子間原子型）判定は従来の「静的」型判定法では不可能であったのに対して、これを可能とする新たな「動的」型判定法を提案した。この新たな「動的」型判定法の適用によって、鉄の高温変形下で形成される微小欠陥が空孔型であることを明らかにした。この知見は、鉄系材料の高温変形・破壊プロセスの理解にとって重要である。

第4章では、鉄の室温および高温変形下における転位と微小なナノ欠陥（転位ループ）の相互作用のその場観察に初めて成功したことを示した。TEM像の詳細な解析により、従来の常識に反して、個々の転位ループによる転位移動への抵抗は、温度が高いほど高いこと等を明らかにした。これらの実験的な知見は、核融合炉構造材料の中性子照射下での機械的性質の劣化過程の理解にとって重要である。

第5章では、結論として本論文のまとめを行った。

以上のように、本学位論文は、鉄の変形下での欠陥挙動をTEMその場観察した研究成果を纏めたものである。得られた成果はオリジナリティーが高く、価値がある研究結果が含まれていることから材料工学分野における学術貢献度が高いと判断した。また上記研究成果は、関連論文として、申請者を筆頭著者とした1編の論文および1編の共著論文に掲載されており、学位論文はこれら公表論文に基づいて作成されていることを確認した。以上のことから、審査委員会は、本学位論文が博士（工学）の学位授与に十分値する内容であると、全員一致で判定した。