

研 究 主 論 文 抄 録

論文題目 後方散乱電子回折その場観察法を用いた材料微細組織形成のダイナミクスに関する研究

熊本大学大学院自然科学研究科 複合新領域科学専攻 複合新領域科学講座
(主任指導 連川 貞弘 教授)

論文提出者 吹野 達也
(by Tatsuya Fukino)

主論文要旨

多結晶材料の機能発現および特性向上のためには、精密な微細組織制御が必要である。そのため、粒界微細組織の発達過程をより詳細に理解し、最適な材料プロセッシングに関する知見を得ることが求められている。本研究は定量的な結晶学的情報を得ながら微細組織の発達過程をその場観察することにより、結晶学的な観点から材料微細組織の発達メカニズムを明らかにし、最適材料プロセッシングに関する知見を得ることを目的として行われ、全編 7 章からなる。

第 1 章は緒論である。

第 2 章は、本研究で用いた後方散乱電子回折その場観察法（以下、*in-situ* SEM/EBSD 法と略記）と EBSD-Wilkinson 法によるひずみの定量評価に関して述べている。

第 3 章では、冷間圧延した純鉄の焼鈍にともなうひずみの回復過程を EBSD-Wilkinson 法を用いて高温その場観察した結果、ランダム粒界近傍のひずみが対応粒界近傍のひずみよりも低温で緩和されることを見出し、粒界近傍のひずみの回復速度が粒界性格に依存して異なることを明らかにした。これは多結晶材料の加工熱処理における回復組織の形成および動的回復が重要な役割を担う高温変形に関する重要な知見を与える。

第 4 章は、材料微細組織の多様な制御に係る相変態過程における微細組織形成機構を明らかにするため、Fe-Ni 合金を用いて相変態の核生成・成長挙動を、特に結晶粒界の影響に着目して EBSD 高温その場観察を行った。その結果、粒界および粒界三重点が核生成の優先的な核生成サイトとなり、整合性の悪いランダム粒界やランダム粒界同士が連結した粒界三重点が核生成サイトとして特に有効に働くことを明らかとした。また、粒界・粒内に核生成した後 K-S あるいは N-W の方位関係を有し、 $\{110\}_\alpha/\{111\}_\gamma$ 表面トレース方向が粒界に対して傾いている α 相粒の方へ優先的に成長していく傾向が見られた。また、加工を施すことにより、相変態と再結晶が同時に進行し、母相粒と方位関係を持つ生成粒の割合が約 50% に減少したことが明らかとなった。これは相変態を利用した微細組織制御において、重要な知見である。

第5章では、加工熱処理により行われている高対応粒界頻度組織の導入について、その形成機構を明らかにすることを目的として行われた結果について述べる。無酸素銅を用いて系統的に加工熱処理条件（ひずみ量、温度）を変え、高対応粒界頻度が得られる最適条件を明らかにした後、その条件において EBSD その場観察を行った。最適加工熱処理条件においては、導入されたひずみエネルギーを駆動力としてランダム粒界の優先的な粒界移動により異常粒成長が生じ、その過程において焼鈍双晶（ $\Sigma 3$ 対応粒界）が形成されること、さらに、双晶とランダム粒界が交差することによりランダム粒界の一部が対応粒界に変化すること等により対応粒界頻度が高まることを明らかにした。一方、最適条件を超えて加工ひずみが大きくなると、一次再結晶が生じ、逆にランダム粒界の頻度が高くなることが見出された。

第6章では、ニッケルナノ結晶における初期および後期異常粒成長のその場観察を行った。従来の *ex-situ* な観察による報告ではナノ結晶の異常粒成長は通常の粒成長のような放物線則に従わない成長メカニズムだと説明されてきたが、*in-situ* 観察の結果、初期異常粒成長および後期異常粒成長とも正常粒成長と同様に放物線則に従うことが明らかにされた。また、後期異常粒成長には異方性があり、表面エネルギーの低い{001}面をファセット面とするフラットな界面の面積が増加する方向に優先的に成長すること、また、フラットな界面に垂直な方向への成長は、ファセットのステップモーションにより生じることを初めて明らかにした。さらに、後期異常粒とマトリクス粒との粒界が対応粒界の場合、ランダム粒界に比べて粒界移動が起りにくいことが明らかとなった。後期異常粒成長の核に観察することに成功し、周りの結晶粒に比べ、比較的粒径が大きく、周りに成長を妨げる対応粒界が少なく、ひずみ少ないという特徴を有した粒であった。これは、ナノ結晶材料の熱的安定性向上のために必要なナノ結晶材料の成長挙動に関する重要な知見である。

第7章は、結論である。