

結晶欠陥組織変化の三次元電子顕微鏡観察に関する研究

趙, 一方

<https://hdl.handle.net/2324/7396260>

出版情報 : Kyushu University, 2025, 博士 (工学), 課程博士
バージョン :
権利関係 :



氏 名 Name : 趙 一方

論文名 Title : 結晶欠陥組織変化の三次元電子顕微鏡観察に関する研究

区分 Category : 甲

論文内容の要旨 Thesis Summary

結晶欠陥とは結晶における完全結晶からの乱れを指し、格子欠陥とも呼ばれる。結晶欠陥は点欠陥、線欠陥、面欠陥、体積欠陥に分類され、中でも線欠陥の転位 (Dislocation) は結晶成長時や熱処理、加工により生成、移動、消失といった挙動を示す。転位とその挙動は結晶性材料の種々の特性に影響を及ぼすため、転位の性質を理解し制御することは、結晶性材料の研究開発においてしばしば重要となる。

結晶中の転位の観察には主に電子顕微鏡や X 線顕微鏡が用いられてきた。こうした転位の顕微鏡観察では、転位の二次元投影像を観察することになるが、転位は空間的に複雑な三次元構造を持つことが多く、特に転位密度が高い場合には従来の二次元的観察から転位の三次元情報を得るのには限界があった。近年、コンピューター断層撮影 (CT) をこれら顕微鏡に応用した三次元電子顕微鏡観察法が開発され、転位の三次元構造を可視化することが可能となっている。それに伴い、転位の三次元観察は、ある時点における転位構造の静的な観察から、温度変化や応力負荷に伴う転位構造の動的変化の観察へと発展しつつある。

本研究では、走査透過電子顕微鏡法 (STEM) と CT およびステレオ観察法を組み合わせた三次元電子顕微鏡法により、加熱や引張過程における転位をはじめとする結晶欠陥微細組織変化の三次元観察とその手法開発を行っている。得られた研究成果は主に以下の 2 点である。

- (1) 長周期積層構造 (LPSO) 型マグネシウム合金におけるキンク変形組織の三次元構造解析と熱処理による微細構造変化の解明 : LPSO 型マグネシウム合金は既存のマグネシウム合金を凌ぐ優れた機械的特性を有することから近年注目されている。その機械的特性の原因として、結晶欠陥組織の中でも特異なキンク変形組織に起因する強化メカニズムが考えられている。キンク変形組織はキンク境界における結晶の回転、局所的な転位運動、溶質原子の局所的偏析などにより特徴づけられ、複雑な三次元構造を持つと考えられている。また、熱処理前後でキンク変形組織が変化することが報告されている。本研究では、STEM と CT を組み合わせた電子戦トモグラフィ (ET) を用いてキンク変形組織の三次元構造を可視化し、熱処理前後におけるキンク変形組織の違いを比較することで、熱処理中のキンク変形領域近傍における結晶欠陥組織の変化を明らかにした。この結果は、LPSO 型マグネシウム合金の力学特性に及ぼす熱処理の影響を理解するための基礎的な知見となる。
- (2) 転位のリアルタイムその場三次元観察法の開発 : 温度変化や応力負荷などを用いた転位のその場観察は、従来から数多く行われている。現在、ET を用いた転位のその場三次元観察の時間分解能は数分から数十分程度である。この時間分解能の値は、転位構造の瞬間的な変化を可視化するには不十分である。本研究では、機械学習による画像処理を援用した高速 STEM 観察法とステレオ三次元再構成法を組み合わせ、サブ秒レベルの時間分解能を有する転位のリアルタイムその場三次元観察法を開発し、銅単結晶中の転位の動的三次元観察に成功した。この技術は、転位の動的挙動観察のための新たなプラットフォームとなる。

本論文の構成は以下の通りである。第 1 章では、結晶欠陥の典型例を紹介し、結晶欠陥の観察に用いられる二次元、三次元、およびその場三次元電子顕微鏡観察について紹介している。また、LPSO 型マグネシウム合金とその独特なキンク変形強化メカニズムを紹介するとともに、機械学習を援用した高速 STEM 観察法について述べている。

第 2 章では、本研究で使用した電子顕微鏡関連の装置と、電子顕微鏡像の結像原理を紹介している。転位の観察法について、従来の二波励起条件とウィークビーム条件で得られた画像の品質を比較した。また、ET およびステレオ法を用いた三次元可視化の原理について述べている。

第 3 章では、ET を用いた LPSO 型マグネシウム合金のキンク変形組織における三次元結晶欠陥構造について述べている。LPSO 相とともに存在するキンク境界 (KB) は、転位によって形成された積層欠陥と溶質原子の偏析から構成されている。この微細構造は溶質原子濃化積層欠陥 (SESF) と呼ばれ、その三次元形態は板状である。また、KB を構成する SESF の配列は、細密六方構造を有する α -Mg 母相の c 軸方向および c 面内方向に周期的に配列している。

第 4 章では、熱処理前後の LPSO 型マグネシウム合金中のキンク変形組織の三次元観察について述べている。熱間押し出し加工まま材では、KB は α -Mg 母相の c 軸方向に沿った平行な SESF の配置で主に構成されている。一方、熱処理後は、KB は部分的に分断された形態へと変化するとともに、SESF のさらなる導入により、KB において多軸的な結晶回転が生じている。この KB の形態変化は、KB における応力集中を緩和することに寄与しているものと解釈される。

第 5 章では、高速 STEM とステレオ三次元再構成法を組み合わせた転位のリアルタイムその場三次元観察法について述べている。銅単結晶試料を電子顕微鏡内で引張変形しながら、転位の運動と形態・構造変化を連続的に三次元可視化することに成功している。このリアルタイム転位三次元観察技術の時間分解能は 0.28~0.70 秒に達している。

第 6 章では、本研究で得られた成果について総括している。