

# 金属中のナノメートルサイズの特殊な構造欠陥の

## 直接観察に世界で初めて成功

- 超微細粒鋼の組織形成機構に新たな知見 -

平成14年3月29日

独立行政法人物質・材料研究機構

### 1. 概要

独立行政法人物質・材料研究機構の村山光宏主任研究員は、米国・ヴァージニア大学工学部 J.M.Howe 教授、九州大学工学部高木教授らのグループと共同で、超強加工によって金属粉末中に形成されたナノメートルサイズの構造欠陥を原子レベルで解析することに世界で初めて成功した。

同主任研究員らは、従来から超強加工<sup>1</sup>による超微細粒組織の形成機構に着目して研究を進めてきたが、今回、超強加工された純鉄粉末の微細組織について、高分解能電子顕微鏡を用いて観察することにより、ディスクリネーション(回位)<sup>2</sup>と呼ばれるナノメートルサイズの特殊な構造欠陥が超微細粒組織形成に寄与していることを見出した。

これは、超強加工による結晶粒微細化を利用した高強度材料開発において、従来考えられていた超微細粒組織形成機構と替わる、新たな組織の形成機構についての基礎的な知見を与える結果となったが、同時に高分解能電子顕微鏡によって金属中に形成された回位の構造を初めて原子レベルで解析したことは、この特殊な構造欠陥が半導体・液晶などの特性にも影響を与えていることから、今後の材料工学全般への貢献が期待できる成果となった。

この研究成果は、3月29日付け米国科学誌「サイエンス」で発表される。

### 2. 背景

材料を構成する結晶の大きさをナノメートルサイズにまで微細化することによって材料を高強度化する手法は、リサイクル性を損なう希少資源合金添加等を必要とせず材料の特性を向上させる革新的な基盤技術として、現在これを応用した実用材料開発に世界的な関心が寄せられている。当機構においても、「超鉄鋼材料プロジェクト」において、この手法を応用した超微細粒鋼の開発などの実用化に向けた試みが進められている。

こうした超強加工法は、圧延等の従来の加工法とは材料に与えられるエネルギーの大きさが桁違いなことなどから、これを用いて作製した材料の組織は、その形成機構が従来のものとは異なることが予想される。しかし大歪みを加えられたナノメータサイズの微細組織を解析することは容易ではなく、実用材料設計の指導原理となる組織形成機構の解明が必要とされていた。

また、回位は液晶・半導体や薄膜など様々な材料に存在し、その特性に影響を与えることが知られている。しかし、この欠陥についてこれまで原子レベルでの構造解析を行った例はほとんど報告されておらず、構造や形成機構については理論面からの研究が主に行われていた。

### 3 . 今回の研究成果

今回、金属材料中に生じた回位を高分解能電子顕微鏡により初めて原子レベルで観察し、また、この欠陥に蓄積された歪みエネルギーや結晶のずれなど、材料の特性と関連する因子についても解析を行うことに成功した。

今回の実験には、工業用純鉄粉末を遊星ボールミルによって Ar 雰囲気中で 100 時間加工したものをを用いた（九州大学工学部高木教授のグループから提供）。加工後の粉末は平均 20nm 程度の超微細粒組織となっている。これを高分解能電子顕微鏡で解析した結果、回位と呼ばれる特殊な構造欠陥が結晶中に形成されていることを見出した（図 1）。強加工によって材料中に導入された加工歪みは主にこのような欠陥に蓄えられると考えられ、また、回位両側の結晶粒はある方向に数度回転することから、ナノスケールでの結晶粒破碎と粒界の形成がこの欠陥の形成に伴って生じると考えられる。

これらの結果は、粒界のすべりによって結晶粒の回転が生じると考えられていた従来の超微細粒組織形成機構に替わる新しいメカニズムを提案することになり、新たに超強加工による組織の形成機構についての基礎的な知見を与える結果となった。

### 4 . 今後の展望

今回の成果によって、超強加工による結晶粒微細化を利用した材料開発における材料設計の指導原理の確立に向けた研究が推進されると期待できる。具体的には、このような欠陥構造が材料の力学特性や変形挙動、または不純物元素の分配挙動等に与える影響を解析することで、この手法を適用して高強度化できる材料の範囲やその寿命予測などにも応用可能である。

また、回位は、液晶を構成する高分子やダイヤモンド単結晶薄膜における配向性の低下を引き起こすなど、材料の機能特性におおきな影響を与えることが知られているので、

このような特殊な構造欠陥についても原子レベルでの構造や蓄積される歪みエネルギー等のデータを実験的に得られることが立証されたことで、今後は構造材料のみならず機能性材料についても適応可能な欠陥構造の形成に関する基礎的かつ普遍的な理論の確立に繋がると期待される。

#### <用語説明>

##### 1 超強加工

圧延などに代表される加工法に対して、その数倍以上の加工歪みを材料に与えることができる加工法であり、ボールミリングなどが代表的である。今回の研究に用いた鉄粉末は 98%の冷間圧延(例:厚さ 10cm の材料が 0.2cm になるまで圧延した場合)の3倍以上の硬さとなるような加工を加えて超微細粒とした。

##### 2 回位 (ディスクリネーション)

転位は、金属の結晶内で原子の配列が線状に乱れた部分を示すのに対して、回位は、結晶にくさび形の領域を挿入または取り除くことによって生じる構造欠陥のことである (図2参照)。

#### (問い合わせ先)

独立行政法人物質・材料研究機構

総務部総務課広報係 TEL: 0298-59-2026

#### (研究内容に関すること)

独立行政法人物質・材料研究機構 材料研究所

主任研究員 村山 光宏

Department of Materials Science and Engineering, University of Virginia,

TEL: +1-434-982-5659, E-mail: [mm2tc@virginia.edu](mailto:mm2tc@virginia.edu)

サブグループリーダー

津崎 兼彰 TEL: 0298-59-2131

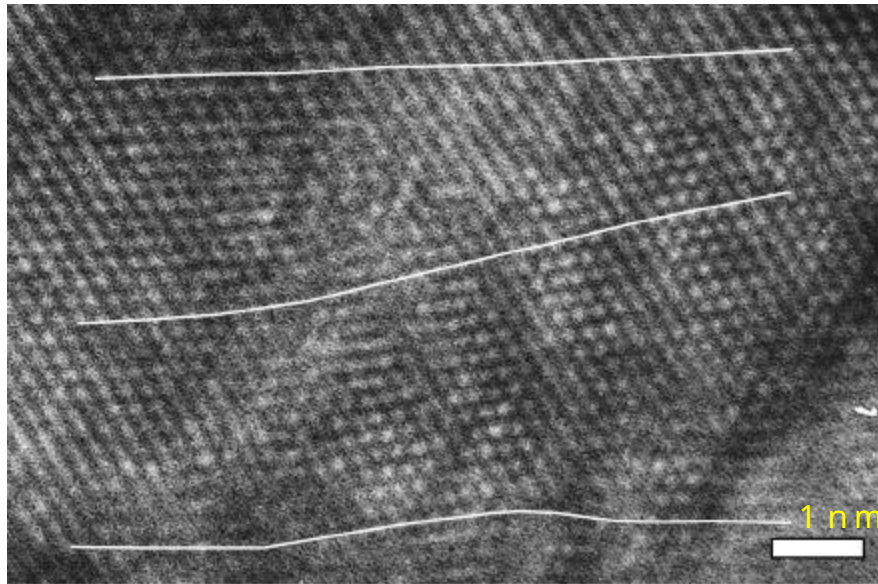


図1．強加工された鉄粉末中に生じたディスクリネーション(回位)の高分解能電子顕微鏡像。正六角形状の輝点は鉄原子の位置を、白線は(110)原子面を示す。回位が形成されたことによって幅20nm程度の領域で結晶が約9度回転していることが原子面のずれからわかる。(図中のスケールは1nm)

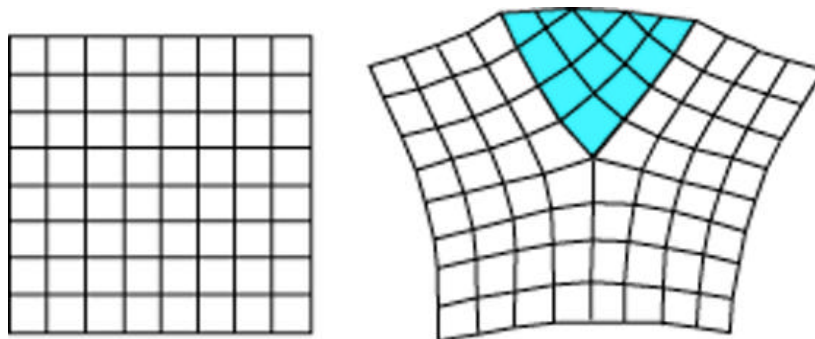


図2．回位の形成による結晶格子の変形(模式図)

左：構造欠陥を含まない結晶格子

右：くさび形の塊(青色部分)を挿入し、回位が形成された後の結晶格子