（ 様式D－２ ）
（ 別　　紙 ）

令和　4　年度　海外派遣研究員研究報告書

令和　6　年　4　月　30　日

日本大学理事長　　殿
日 本 大 学 学 長　　殿

所　　属　　工学部（　工学研究所　）
資格・氏名　　准教授・高木秀有
■本報告書の内容を公表することは了承しております。
（公表可の場合，チェック□すること）

令和　4　年度海外派遣研究員（　長期　）の研究実績を，下記のとおり報告いたします。

記

1　区　　分　　長期

2　研 究 課 題

微細結晶粒材のクリープ強度と変形メカニズムに関する研究

3　派 遣 期 間　　西暦　2023 年　3 月　28 日　～　　2024 年　3 月　21 日

4　派　遣　先　　アメリカ合衆国

5　研 究 目 的

本研究の目的は，微細結晶粒材におけるクリープの発現メカニズムを明らかにすることである．これを知るために，微細結晶粒を有する Al 合金に対する 0.3Tm 付近（室温）の引張試験及びクリープ試験などを実施し，強度に対する結晶粒径依存性及び歪み速度依存性を明らかにする．また，この実験結果をもとにして変形モデルや理論を構築するためには，力学試験中にどのような変形が生じているのか，具体的には歪み分布の時間変化，結晶粒内の転位運動の逐次観察が必須である．この研究で実施する材料中の変形状態をその場観察（その変形が生じている状態で観察する手法）を実施するためには，日本のどの研究機関でも有していない最先端の観察テクニックを持つ Lawrence Berkeley National Laboratory（LBNL）において，上述した内容について調査する．

6　研 究 概 要

一般に，時間依存の塑性変形（クリープ）は，0.5Tm（Tm：融点）の半分以上の温度域で発現する．しかしながら，結晶粒径が 1μm 以下になると，0.3Tm 程度においてもクリープが生じる．なぜ結晶粒径を微細化するとクリープが発現するのか．転位が消滅サイトである結晶粒界まで簡単に到達できるためか．結晶粒界が転位の増殖サイト

になるからか．粒界すべりが支配的になるからか．あるいは，結晶粒界のキャラクターが異なるのか．これまでに上述したようないくつかの説明がなされているが，未だに確立されたモデルや理論は見当たらない．

これら未解明な問題を明らかにするために，理論的検討や計算機実験が行われ，いくつかのモデルが提案されているが，その現象が生じているところを直接観察することができていないため，どのモデルが適切であるかについての検討ができていない．そこで，今回の LBNL 滞在では，その場 TEM 観察技術の習得を最終目標と定め，それらを用いた組織観察を実施するために必要な準備，観察技術，また設備使用法の習得に主眼を置いた．

７　研究結果・成果

はじめに滞在中のスケジュールを記載し，その後，研究結果について記述する．4 月は LBNL への入構手続き，研究作業用など研究に必要な環境を整備した．また，受け入れ教授である Andrew Minor と会い，今後の研究活動についてディスカッションした．5 月～8 月は各研究設備を使用するためのトレーニングを行った．透過電子顕微鏡（TEM）を普段から使用していないため，その操作を習得するのに時間が必要であった．また，Prof. Andrew Minor とは 2 週間に 1 回程度，研究に関するディスカッションを行い，どのように研究を進めるのかを決定させた．9 月以降，ようやく LBNL にある TEM 試料作製機器，TEM 本体を用いて，試料作製から TEM 観察を実施することができた．なお，マシンタイムの問題で TEM によるその場観察の実施はできなかった．このため，3 月に，今後も LBNL との共同研究を継続するための打ち合わせを実施した．

次に，滞在中の研究結果を記述する．但し，未発表データであるため，最小限の記述とする．転位は各種の障害物によってその運動を阻害される．その結果，材料強度は向上される．その場 TEM 観察を実施する前に，この障害物の種類やその有無および位置を特定しておく必要がある．本研究で用いた Al-Mg 合金における転位運動への障害物は，そのサイズ順に，固溶元素のクラスタ，GP Zone，（各種）β 析出相があり，比較的サイズが大きい析出相は TEM に付帯するエネルギー分散型分光法（EDS）などで検出できる．図 1 は実際に LBNL で Mg 析出相を EDS で同定した結果である．図に示されるように，これまでの報告にあるように，Mg 元素が結晶粒界に偏析しそこで析出相が現出した．他方，本研究では運動する転位がこのような障害物と相互作用するかどうかを調査するため，事前にこれら障害物が存在するかどうかを知る必要がある．

図 2 は結晶粒内に存在する転位部に偏析がみられるかどうかを，EDS 観察した結果である．このケースでは，Mg 元素は同定されない．これは転位の種類，観察している結晶面，などの原因で同定されなかった可能性があるが，もう一つの原因は，障害物サイズがより小さい GP Zone やクラスタであった場合，EDS によって検出することは難しいことがあげられる．

そこで，そのような小さなサイズの障害物を広範囲で測定する技術開発を進めている．その詳細は割愛するが，この研究を継続するために科研費申請を行い，今後も LBNL との共同研究を行いたいと考えている．

（ 様式D－２ ）

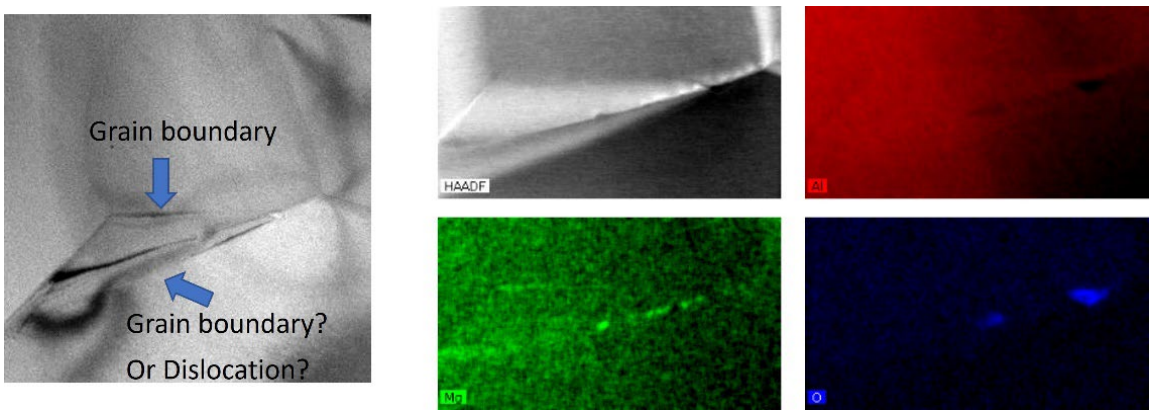


図１　LBNL で測定した TEM に付属の EDS による元素分析結果．結晶粒界に Mg 元素が偏析していることがわかる．

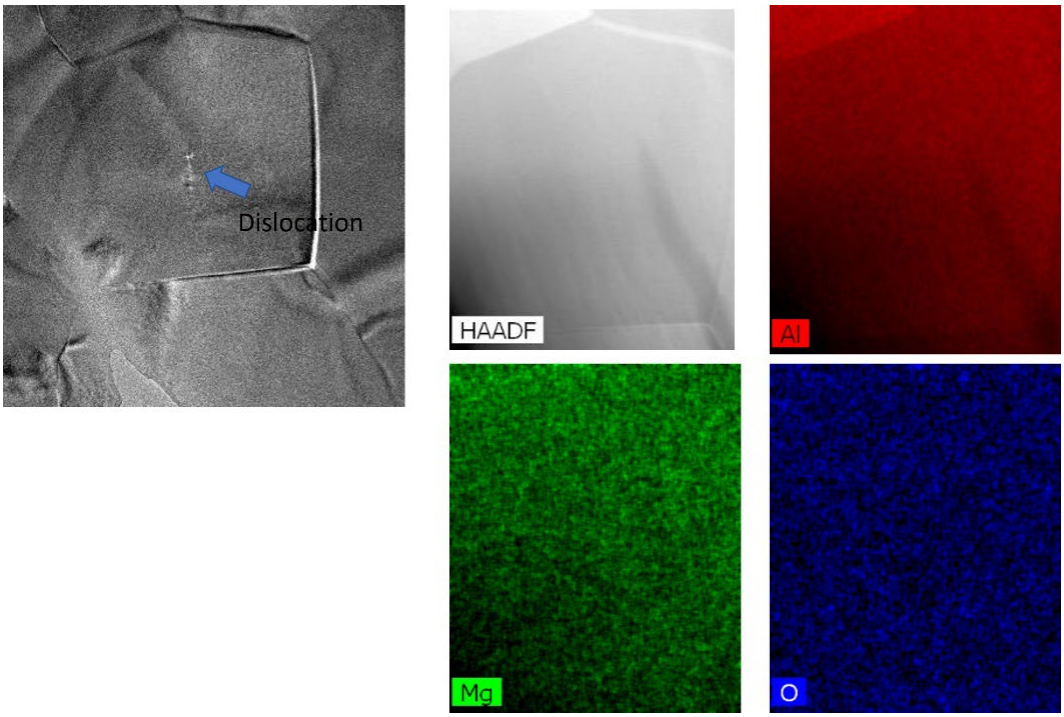


図２　LBNL で測定した TEM に付属の EDS による元素分析結果．結晶粒内に存在する転位部には Mg 元素の偏析は見られない．

以　　上